Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

159. BAND, 6. (SCHLUSS-) HEFT

MIT 11 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 17. JANUAR 1958)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1958

Z.anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 249251

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 159 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-) Heft 6

Originalabhandlungen

Seite

Neeb, R., Der mikrochemische Nachweis des Iridiums, Palladiums und Platins mit Phosphonium- und Arsoniumsalzen. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle. VII. Mit 7 Textabbildungen 401

Srinivasulu, K., D. Purushottam and **Bh. S. V. Raghava Rao,** Haematein as a Reagent for Thorium, Zirconium and Uranium. With 3 Figures in the text 406

Khalifa, H., Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium; Analysis of Binary Mixtures of Barium, Strontium or Magnesium together with Lead, Cobalt, Nickel or Copper. With 1 Figure in the text 410

Szekeres, L., und **E. Bakács-Polgár,** Schnellbestimmung von Alkalihydrogencarbonaten in Gegenwart von Alkalicarbonaten mit einem Fällungsverfahren 414

Szekeres, L., E. Sugár und **É. Pap,** Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. I. Über die bromatometrische Bestimmung von Verbindungen des Arsens(III) und des Antimons(III) 418

Tandon, J. P., and **R. C. Mehrotra,** Studies in Bivalent Chromium Salts. Part IV. Determination of Persulphate, Hydrogen Peroxide and Dissolved Oxygen in Water 422

Sant, B. R., and **E. Thomas Varkey,** Gravimetric Estimation of Bismuth as Bismuthyl Dichromate 425

Sant, B. R., and **E. Thomas Varkey,** Determination of Bismuth by Selenious Acid 427

Erdey, L., und **F. Szabadváry,** Bestimmung von Vanadium in Reinaluminium 429

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus der anorganisch-analytischen Abteilung des chemischen Instituts
der Universität Mainz

Der mikrochemische Nachweis des Iridiums, Palladiums und Platins mit Phosphonium- und Arsoniumsalzen

Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle. VII*

Von
ROLF NEEB

Mit 7 Textabbildungen

(Eingegangen am 11. September 1957)

Phosphonium- und Arsoniumsalze bilden wie beim Osmium[1] auch mit den Chlorokomplexen von Pt^{IV}, Pd^{II} und Ir^{IV} zum mikrochemischen Nachweis geeignete Niederschläge. Diese Reaktionen sind zwar nicht für das einzelne Element spezifisch, gestatten aber den sicheren Nachweis dieser Elemente neben Ruthenium und Rhodium und können deshalb gelegentlich für die Analyse von Bedeutung sein.

Da Iridium(III)-chlorid nicht reagiert, kann nach vorhergehender Reduktion der Nachweis von Pt, Pd und Os auch neben einer größeren Menge Iridium geführt werden.

Ausführung der Reaktionen

Reagenslösungen. 2%ige wäßrige Lösungen von Tetraphenylphosphoniumchlorid (Firma Schuchardt), Tetraphenylarsoniumchlorid (Fluka), Triphenylmethylarsoniumchlorid (Heyl).

Platinmetallsalzlösungen. Schwach salzsaure Lösungen der Hexachloride verschiedener Konzentration.

Iridium. Vierwertiges Iridium reagiert in schwach salzsaurer Lösung mit Phosphonium- und Arsoniumsalzen unter Bildung brauner Niederschläge[2], während Iridium(III)-chlorid unter den gleichen Umständen nicht ausfällt, so daß kleine Mengen von Ir^{IV} neben Ir^{III} nachweisbar sind.

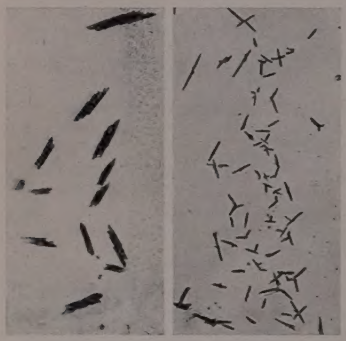
Tetraphenylphosphoniumchlorid. In schwach salzsauren Lösungen (0,5—1 n HCl) treten in größeren Konzentrationen nadelige Büschel von Wachstums- und Zerrformen auf (Abb. 1b, S. 402), daneben erscheinen auch regelmäßige Prismen mit schrägen Endflächen (Abb. 1a). Bei kleinen Iridiummengen gelingt die Reaktion besser, wenn man die Lösung schwach erwärmt und das feste Reagens zusetzt.

Erfassungsgrenze*: 1 μg. Der Nachweis ist auch bei Anwesenheit von Rhodiumchlorid möglich. Neben dem 10fachen Rhodiumüberschuß sind 2—3 μg Ir noch deutlich nachweisbar.

* VI. Mitteilung: diese Z. **156**, 420 (1957).

** Erfassungsgrenze = nachweisbare Menge in 0,05 ml Lösung (EMICH).

Triphenylmethylarsoniumchlorid. In schwach salzsaurer Lösung entstehen mit der Reagenslösung kurze Prismen und Stäbchen mit schrägen Endflächen (Abb. 2a). In der Wärme treten oft übersättigte Lösungen auf, die nach dem Kratzen mit einer Glasnadel unter Bildung nadliger Kristalle neben Wachstums- und Zerr-

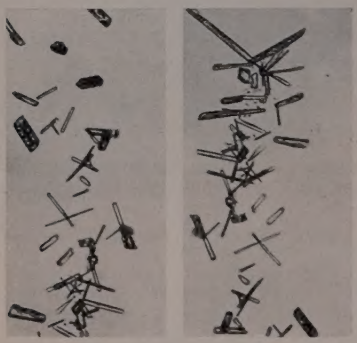


a b

Abb. 1. Der Mikrokristallnachweis von Iridium mit Tetraphenylphosphoniumchlorid

a b

Abb. 2. Der Mikrokristallnachweis von Iridium mit Triphenylmethylarsoniumchlorid



a b

Abb. 3. Der Mikrokristallnachweis von Palladium mit Tetraphenylphosphoniumchlorid

a b

Abb. 4. Der Mikrokristallnachweis von Palladium mit Triphenylmethylarsoniumchlorid

formen auskristallisieren (Abb. 2b). Erfassungsgrenze: 1 μg. Neben der 20fachen Rh-Menge sind 5 μg Ir noch deutlich nachweisbar.

Tetraphenylarsoniumchlorid bildet mit Iridium(IV)-chloridlösungen feinkristalline, zum mikrochemischen Nachweis wenig geeignete Niederschläge.

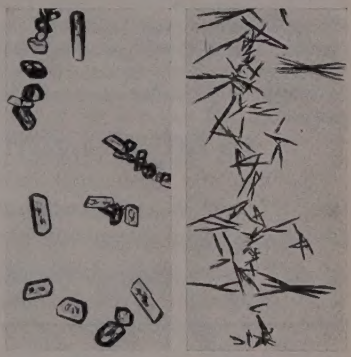
Palladium. Die Farbe der mit Palladium(II)-chlorid und den Phosphonium- und Arsoniumverbindungen entstehenden Niederschläge ist gelbbraun.

Tetraphenylphosphoniumchlorid. In schwach salzsauren verdünnten Lösungen entstehen mit dem festen Reagens oder mit der Reagenslösung feine Nadeln,

schlanke Stäbchen oder kurze, breite Prismen (Abb. 3a, 3b), die bei der Fällung aus warmer Lösung erst nach dem Reiben mit der Glasnadel ausfallen. In konzentrierten Lösungen oder bei höheren Salzsäurekonzentrationen (3—4 n HCl) treten vorwiegend breite Stäbchen und Prismen auf. Bei geringsten Palladiummengen sind oft nur feine Nadeln und kleine schlanke Prismen zu beobachten. Die Reaktion ist außerordentlich empfindlich. Erfassungsgrenze: 0,05 μg Pd.

Triphenylmethylarsoniumchlorid. Die am besten in der Kälte mit der Reagenslösung aus nicht zu konzentrierten, schwach salzsauren Lösungen erzeugten Niederschläge fallen in Form großer, sechsseitiger Plättchen und breiter Prismen (Abb. 4a) neben schmalen Stäbchen mit dunklen Endflächen aus. In der Wärme entstehen vorwiegend Wachstums- und Zerrformen (Abb. 4b). Erfassungsgrenze: 0,2 μg Pd.

Tetraphenylarsoniumchlorid. Aus 0,5 bis 1 n salzsauren Lösungen fallen in der Kälte mit der Reagenslösung große Nadelbüschel mit charakteristischen Formen



a b

Abb. 5. Der Mikrokristallnachweis von Palladium mit Tetraphenylarsoniumchlorid

a b

Abb. 6. Der Mikrokristallnachweis von Platin mit Tetraphenylphosphoniumchlorid

a b

Abb. 7. Der Mikrokristallnachweis von Platin mit Triphenylmethylarsoniumchlorid

(Abb. 5b) aus, neben den in der Wärme bevorzugt auftretenden Wachstumsformen. In konzentrierten Lösungen bilden sich auch gut ausgebildete breite Prismen und Plättchen (Abb. 5a). Der Nachweis ist etwas unempfindlicher als mit den ersten Reagentien. Erfassungsgrenze: 1 μg Pd.

Platin. Alle Niederschläge mit 4wertigem Platin sind blaßgelb.

Tetraphenylphosphoniumchlorid. In schwach salzsauren Lösungen entstehen mit der Reagenslösung in der Kälte regelmäßige Prismen und Stäbchen mit schrägen Endflächen (Abb. 6a), in verdünnten Lösungen auch sägebockartige Gebilde (Abb. 6b),

in der Wärme dagegen vorwiegend Wachstums- und Zerrformen. Erfassungsgrenze: 0,1 μg Pt.

Triphenylmethylarsoniumchlorid. Die besten Kristallformen bilden sich mit der Reagenslösung in der Kälte aus schwach salzsaurer Lösung, wobei meist ein Kratzen des Objektträgers erforderlich ist. Die längs des Impfstriches auftretenden regelmäßigen Prismen (Abb. 7a, S. 403) oder pfeilspitzenartigen Zerrformen (Abb. 7b) gestatten den Nachweis geringster Platinmengen. Erfassungsgrenze: 0,05 μg Pt.

Die mit Tetraphenylarsoniumchlorid und Platin(IV)-chlorid auftretenden feinkristallinen Niederschläge sind zum mikrochemischen Nachweis des Platins kaum geeignet.

Der Nachweis von Pd, Pt und Os neben Ru, Rh und Ir

Rhodium und Ruthenium beeinträchtigen die Mikroreaktionen auf Pt, Pd, Ir und Os kaum, erst ein höher Überschuß bedingt eine Verringerung der Nachweisempfindlichkeit.

Tabelle 1. *Der mikrochemische Nachweis von Ir, Pd und Pt mit Phosphonium- und Arsoniumsalzen*

Reagens	Element	Ausführung	Erfassungsgrenze μg
Tetraphenylphosphoniumchlorid	Ir^{IV}	festes Reagens, Wärme, schwach salzsaure Lösung	1
Triphenylmethylarsoniumchlorid	Ir^{IV}	Reagenslösung, Kälte, 0,5 n Salzsäure, Impfstrich!	1
Tetraphenylphosphoniumchlorid	Pd^{II}	festes oder flüssiges Reagens, Kälte, 0,5 n Salzsäure	0,05
Triphenylmethylarsoniumchlorid	Pd^{II}	Reagenslösung, Kälte, schwach salzsaure Lösung, Impfstrich!	0,2
Tetraphenylarsoniumchlorid	Pd^{II}	Reagenslösung, Kälte, schwach salzsaure Lösung	1
Tetraphenylphosphoniumchlorid	Pt^{IV}	Reagenslösung, Kälte, schwach salzsaure Lösung	0,1
Triphenylmethylarsoniumchlorid	Pt^{IV}	Reagenslösung, Kälte, schwach salzsaure Lösung, Impfstrich!	0,05

Nachweis neben Iridium. Behandelt man eine Pd^{II}, Pt^{IV}, Os^{IV} und Ir^{IV} enthaltende, schwach salzsaure Lösung der Chloride in der Wärme mit Hydroxylaminchlorhydrat, so bleiben Pd^{II} und Os^{IV} unverändert, Ir^{IV} wird quantitativ zu Ir^{III} und Pt^{IV}, teilweise zu Pt^{II} reduziert. Da selbst hohe Konzentrationen von Iridium(III)-chlorid nicht mit den Phosphonium- und Arsoniumverbindungen reagieren, lassen sich auf diese Weise die Störungen durch Iridium beim mikrochemischen Nachweis von Pd und Os ausschalten. Das bei der Reaktion entstehende Platin(II) reagiert zwar ebenfalls mit Phosphonium- und Arsoniumsalzen unter Bildung weißer Niederschläge, die aber infolge ihrer größeren Löslichkeit zum Nachweis des Platins ungeeignet sind. Erfolgt die Reduktion mit Hydroxylaminchlorhydrat nur durch kurzes Erwärmen auf 50—60° C,

so wird Platin(IV)-chlorid praktisch nicht angegriffen, während Ir^{IV} wieder quantitativ reduziert wird. Der Nachweis des Platins ist jetzt ohne weiteres neben viel Iridium möglich.

Ausführung: Ein Tropfen der schwach salzsauren Probelösung wird auf dem Objektträger mit einigen Kriställchen Hydroxylaminchlorhydrat versetzt und nach dem vollständigen Lösen kurz über der Sparflamme auf etwa 50—60° C erhitzt. Nach dem Erkalten der Lösung kann der Mikronachweis in dem Probetropfen wie üblich ausgeführt werden. Pd und Os können jetzt neben einem mindestens 100fachen Überschuß an Ir mit der gleichen Empfindlichkeit wie in reinen Lösungen nachgewiesen werden. Für Platin verringert sich die Nachweisempfindlichkeit etwa auf den fünften bis zehnten Teil, neben einem ebenfalls 100fachen Überschuß an Iridium.

Außer den angeführten Reaktionen werden noch die Reaktionen einer Reihe weiterer Phosphoniumsalze* mit den Halogenokomplexen der Platinmetalle untersucht. Alle diese Reagentien bilden schwer lösliche Niederschläge mit Os-, Pt-, Pd- und Ir-Lösungen, die zum mikrochemischen Nachweis zwar ungeeignet sind, in einigen Fällen jedoch zu gravimetrischen Bestimmungen herangezogen werden können, worüber demnächst berichtet werden wird.

Zusammenfassung

Zum mikrochemischen Nachweis von Ir, Pd und Pt werden Tetraphenylphosphoniumchlorid, Triphenylmethylarsoniumchlorid und (für Pd) Tetraphenylarsoniumchlorid erprobt, wobei die Nachweisgrenzen zwischen 0,05 und 1 μg Metall in 0,05 ml Lösung liegen. Rhodium und Ruthenium beeinträchtigen die Nachweise kaum. Nach Reduktion des Iridiums zur 3wertigen Stufe mit Hydroxylaminhydrochlorid ist auch der Nachweis von Pd, Pt und Os neben einem großen Überschuß an Ir möglich.

Herrn Prof. Dr. W. Geilmann danke ich für die Hilfe bei der Anfertigung der Mikrophotographien, Herrn Prof. Dr. Horner für die Überlassung einiger organischer Präparate.

Literatur

[1] Neeb, R.: diese Z. **152**, 158 (1956). — [2] Neeb, R.: diese Z. **154**, 17 (1957).

Dr. R. Neeb, Mainz, Anorg.-chem. Institut der Universität

* Naphthyltriphenylphosphoniumchlorid, Benzyltriphenylphosphoniumchlorid p-Tolyltriphenylphosphoniumchlorid.

Department of Chemistry, J. V. D. College of Science, Andhra University, Waltair, India

Haematein as a Reagent for Thorium, Zirconium and Uranium

By

K. Srinivasulu, D. Purushottam and Bh. S. V. Raghava Rao

With 3 Figures in the text

(Eingegangen am 23. Juli 1957)

Thorium and hexavalent uranium form violet complexes with haematein, while zirconium gives one of lighter orange. Colorimetric estimations of the three elements individually are possible. In 25 ml of 60 percent aqueous acetone 0,05 mg of thoria or 0.029 mg U_3O_8 or 0.025 mg of zirconia may be readily estimated. A twelve fold excess of cerite earths does not interfere in the estimation of thorium. Thus, the reagent is useful in the assay of monazite for thorium.

The reagent shows strong absorption between 380 and 480 mμ with a peak at 440 mμ. In complexation this band appears to be shifted to the region 500 mμ to about 600 mμ with a peak at 520—540 mμ in thorium and uranium and 500—520 mμ in zirconium. An interesting feature of this complexation is that the nature of the complex, as may be deduced from absorption data, appears to be the same in all the cases, although the number of organic ligands which each of the metal ions attaches to itself varies. Thus 6 ligands are attached to one Th^{4+}, 3 to UO_2^{2+} and 1 to Zr^{4+} ions.

Thorium presents a special feature. The amount of the complex formed with this element is different as estimated from absorption measurements, according as acetone is added to the thorium solution before or after the reagent. When acetone is added before the reagent in order to make the solution 60 percent in aqueous acetone, smaller amounts of the complex are formed than otherwise. It is likely that thorium complexes with acetone and the reagent is not strong enough to break this complex completely to form the colored chelate. In all the following work acetone was added only after the reagent. In practice a concentrated stock solution of thorium nitrate in water was added to the reagent. Afterwards the mixture was suitably diluted with acetone and water to yield a solution 60 percent in acetone.

Experimental

The following stock solutions were prepared.

(i) Thorium nitrate in water containing 0.0545 g of thoria per litre.

(ii) Zirconium nitrate in water containing 0.0254 g of zirconia per litre.
(iii) Uranyl nitrate in water containing 0.05816 g of U_3O_8 per litre.
(iv) Haematein in acetone containing 0.0620 g of the reagent per litre.

Absorption Measurements

To 10 ml of the metal solution suitably diluted were added 10 ml of the reagent. The mixture was then made up to 25 ml with acetone. The absorptions of the resulting complexes as well as that of an equal weight of the reagent in 60 percent acetone were measured in calibrated 10 mm cornig glass cells on a Beckman D. U spectrophotometer using 60 percent acetone as standard. The slit width was kept out a minimum to obtain the best possible spectral purity. The densities of the four solutions in the region 350 to 600 mμ are plotted in Fig. 1.

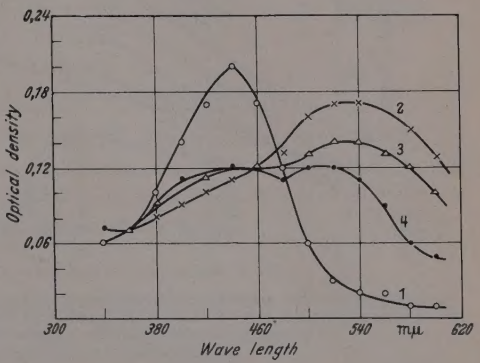


Fig. 1. Optical densities of the reagent and the complexes: *1* reagent; *2* thorium complex; *3* uranium complex; *4* zirconium complex

The reagent shows strong absorption in the region 360 to 480 mμ with a sharp peak at 440 mμ. On complexation this absorption appears to shift into the longer wave region with a rather broad maximum between 520—540 mμ in the case of thorium and uranium and 500—520 mμ with zirconium. The region 520—560 mμ is therefore best suited for colormetric estimation of the elements.

Verification of Beer's Law. (a) The reagent obeys Beer's law up to the highest concentration studied, i. e. 0.06 mg/ml. (b) Complexes: The behaviour of the complexes is shown in Fig. 2 (see p. 408).

Two series of measurements were carried out with thorium. In one series (A) 10 ml of the reagent and in the other 15 ml of the reagent were complexed with varying amounts of thorium and diluted to 25 ml of 60 percent acetone and the resulting densities were measured at 540 mμ against 60 percent acetone. In both the cases, the curves run straight and break off sharply at points corresponding to 0.094 and 0.136 mg of thoria respectively. The molar ratio of thoria and the reagent is thus 1 : 6.

A similar behaviour may be noted in uranium and zirconium, a sharp break is present at stoichiometric ratio of 1 : 3 and 1 : 1 of metal ion and the reagent respectively.

Composition of the Complexes. While the Beer's law plots of these complexes yield useful information regarding their stoichiometric

composition and their stability, Job's method of continuous variations and molar ratio method give full confirmation of these observation. Data

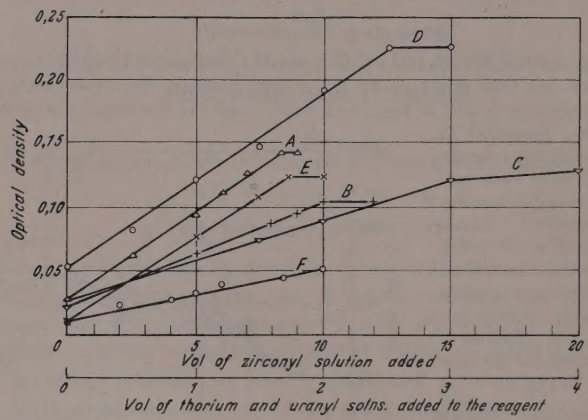


Fig. 2. Behaviour of the complexes. *A* thorium complex (10 ml reagent, 540 mμ); *B* zirconium complex (10 ml reagent, 540 mμ); *C* uranium complex (10 ml reagent, 540 mμ); *D* thorium complex (15 ml reagent, 540 mμ); *E* thorium complex (10 ml reagent, 600 mμ) *F* zirconium complex (10 ml reagent, 600 mμ)

relating to Job's method are shown in Fig. 3. Curves relating to the molar ratio method have not been shown to save space.

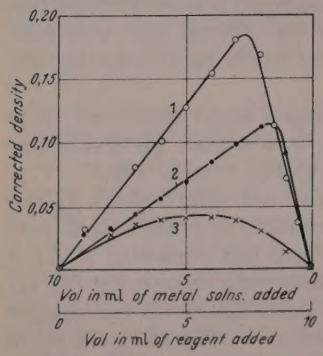


Fig. 3. Data relating to Job's method: *1* uranium complex; *2* thorium complex; *3* zirconium complex

Determination of Thorium, Zirconium and Uranium individually. The following test estimations have been made with the help of graphs A, B, and C respectively in Fig. 2.

Nature of the Complex. The similarity in the absorption spectra of the different metal complexes and the presence of the band at 440 mμ in all cases reveals that the characteristic absorption of the reagent is also present during complexation and the observed absorption is a sum of the individual absorptions of the complex and the reagent. With thorium and uranium the amount of the metal is in large excess of what is needed for the complete complexation of the reagent, while in the case of zirconium, the two are present in the stoichiometric ratio. Due to dissociation of the complex, a part of the reagent is free and the Zr-curve 4 of

Fig. 1 (p. 407) shows the combined absorptions of the free and complexed reagent. Two humps are actually present.

Table 1. A. *Determination of Thorium*

Wt. of ThO_2 taken mg	Density of complex	Wt. of ThO_2 by interpolation mg	Error mg
0.0655	0.110	0.0654	— 0.0001
0.0380	0.076	0.0410	+ 0.0030
0.0820	0.130	0.0810	— 0.0010
0.0820 + 1.050 mg of R_2O_3 (cerite earths)	0.126	0.0770	— 0.0050

Table 1. B. *Determination of Zirconium*

Wt. of ZrO_2 taken mg	Density of complex	Wt. of ZrO_2 by interpolation mg	Error mg
0.2030	0.088	0.2080	+ 0.005
0.1270	0.0625	0.1295	+ 0.0025
0.1270 + 1.75 mg of R_2O_3 (cerite earths)	0.060	0.1220	— 0.0050
0.1270 + 0.60 mg of UO_2^{++}	0.113	—	interference
0.1270 + 0.113 mg of Y_2O_3 (yttrium earths)	0.0595	0.1200	— 0.0070

Table 1. C. *Determination of Uranium*

Wt. of U_3O_8 taken mg	Density of complex	Wt. of U_3O_8 by interpolation mg	Error mg
0.0640	0.060	0.0640	—
0.1520	0.109	0.1510	— 0.0010
0.0290	0.042	0.0290	—

Summary

Haematein gives violet colored complexes with thorium and uranium and an orange colored complex with zirconium of the stoichiometric ratios 1 : 6, 1 : 3, and 1 : 1 respectively of the metal and the reagent (Job's method). The reagent and the complexes of thorium, uranium and zirconium show absorption maxima at 520—540 mμ, 520—540 mμ 500—520 mμ respectively. In observations at 540 mμ in 60 percent aqueous acetone 0.05 mg of thoria (a 12 fold excess of cerite earths has no influence), 0.029 mg U_3O_8 and 0.025 mg of zirconia may be determined. The spectral characteristics of the complexes indicate a similarity in character in spite of differences in stoichiometric composition.

Prof. Bh. S. V. Raghava Rao, Department of Chemistry, J. V. D. College of Science, Andhra University, Waltair, India

The Second Chem. Institute of the Vienna University, Austria

Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium; Analysis of Binary Mixtures of Barium, Strontium or Magnesium together with Lead, Cobalt, Nickel or Copper

By
H. Khalifa

With 1 Figure in the text

(Eingegangen am 12. August 1957)

Very recently[2] mercuric nitrate has been succesfully applied as a back titrant for EDTA solutions in excess of the amounts reacting quantitatively either with zinc or cadmium in the presence of one of the triad barium, strontium and magnesium at p_H 8 or 9 or with both cations at p_H 11. Advantage was taken of this behaviour for analysis of binary mixtures of these cations by back titration at the lower and higher p_H-value. The present work was undertaken to ascertain the feasibility of extending the same procedure to the analysis of binary mixtures of the same above triad in combination with one of the tetrad cobalt, nickel, lead and copper. Among the methods cited in the literature for such an analysis at selective p_H may be mentioned the method of Brown[1] for the simultaneous estimation of zinc and magnesium with sodium versenate and solochrome black indicator.

Experimental

Compounds. All the materials used in this investigation were of the requisite purity. These involved the nitrates of mercury, barium, strontium, magnesium, cobalt, nickel, lead, copper and ammonium.

Solutions. The mercuric nitrate solution. About 16.8 g of the analar product were dissolved in a liter of pure water by the aid of 3 ml of concentrated nitric acid. The resulting solution was about 0.05 M in respect to nitric acid. The molarity of such a moderately acidic solution was determined potentiometrically against a standardised 0.01 M EDTA solution at the p_H-values 8, 9, 10 and 11, using an amalgamated silver electrode as the positive half cell and a saturated calomel electrode as the other half cell. Contact between the two half cells was maintained by a saturated potassium nitrate bridge. The titration mixture consisted of 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml buffer solution. The titrant was delivered from a 5 ml microburette, the tip of which was kept immersed in the titration mixture during operation. Stirring was affected through a magnetic stirrer. The potential, after each titrant addition was read on a recording potentiometer type Beckman automatic titrator K. Results of such a standardisation are mentioned later.

The Buffer Solutions.

Buffer p_H 8 (one molar) To a suitable volume of 1 M NH_4NO_3 solution 1 M NH_4OH solution is gradually added until the p_H meter records the desired p_H.

Buffer p_H 9 (0.25 molar) One molar buffer p_H 9 is diluted with pure water in the ratio of 1 to 3.

Buffer p_H 10 (0.1 molar) One molar buffer p_H 10 is diluted with pure water in the ratio of 1 to 9.

Buffer p_H 11 (0.1 molar) Concentrated ammonia is gradually added to buffer p_H 10 (0.1 molar) until the p_H meter records the desired p_H.

The EDTA solution. 3.7225 g of disodium dihydrogen ethylenediamine tetracetate are dissolved in 1 liter of pure water. The resulting solution was standardised against 0.01M lead nitrate solution at p_H 9 using eriochrome black T indicator and a tartrate buffer.

The lead solution was prepared by dissolving 3.312 g of $Pb(NO_3)_2$ in one liter of water.

~ 0.01 M barium, strontium, magnesium, cobalt, nickel and copper solutions were prepared by dissolving the calculated amounts of the nitrates of these cations in the appropriate volumes of water. The resulting solutions were standardised against 0.01 M EDTA solution following the procedures recommended by SCHWARZENBACH[3].

The Titration Principle. The feasibility of back titrating a metal ion in the presence of another as for example lead in presence of barium at a lower p_H as 8 or 9 is due to an exchange reaction between the versenate of barium and the titrant at this particular p_H, thus:

$$Ba\ Y^{2-} + Hg\ (NO_3)_2 = Hg\ Y^{2-} + Ba\ (NO_3)_2,$$

a fact which was verified by experiment where the end-point of a back titration of barium alone at p_H 8 or 9 corresponded to the total amount of EDTA solution added and moreover, at p_H 10 the titration curve was characterised by two small inflections corresponding to a partial exchange reaction between barium versenate and mercuric nitrate, whereas at p_H 11 no exchange reaction is liable to take place. The conditions for an exchange reaction of the above type seems to be unfavourable at all p_H values between 8 and 11 if the stability constant of a metal versenate is so large as to permit no dissociation to its constituents. This is the case with lead, cobalt, nickel and copper, the versenates of which possess large stability constants as compared with those of barium, strontium and magnesium. For the sake of comparison, the logarithms of the stability constants K of the above metal versenates are listed in Table 1.

Table 1

Cation	Ba	Sr	Mg	Co	Pb	Ni	Cu
log K	7.7	8.6	8.6	16.2	18.0	18.3	18.5

From the above considerations it is apparent that analysis of binary mixtures of barium, strontium or magnesium together with cobalt, lead, nickel or copper can be performed with fair accuracy by back titrating of two identical mixtures of the two metal versenates in question at the lower and higher p_H-value.

The procedure applied for such an analysis involved transferring the solutions into the titration vessel in the following order: 3—5 ml of each of the metal ion solutions, 15 ml 0.01 M EDTA solution and 40 ml buffer

Table 2. *Standardisation of the mercuric nitrate solution*
Solution: 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml buffer solution

p_{H_8}	End-point		M Titrant	mean M
	ml titrant	mv/0,1 ml titrant		
8	2.940	68	0.05102	
9	2.943	73	0.05094	0.05098
10	2.945	81	0.05093	
11	2.940	62	0.05102	

Table. 3. *Analysis of Mg (0.0102 M) + Pb (0.01003 M)*

volume ml p_H 8	ml T ≅ V (a)	mv/0.1 ml T	ml T ≅ Pb 2.942-a	M Pb
5 Mg + 5 Pb	1.960	51	0.982	0.01001
5 Mg + 3 Pb	2.350	61	0.589	0.01001
4 Mg + 5 Pb	1.955	57	0.987	0.01006

p_H 11			mlT ≅ Mg + Pb	ml T ≅ Mg	M Mg
5 Mg + 5 Pb	0.955	60	1.987	1.005	0.01024
5 Mg + 3 Pb	1.350	61	1.592	1.003	0.01022
4 Mg + 5 Pb	1.150	60	1.792	0.805	0.01025

T = 0.05098 M $Hg(NO_3)_2$ solution, V = excess 0.01 M EDTA solution.

Table 4

Mixture	milligram 1		per cent error	milligram 2		per cent error
	taken	found		taken	found	
Mg 1 + Pb 2	1.240	1.245	0.40	10.391	10.387	0.04
Mg 1 + Co 2	0.992	0.998	0.61	2.984	2.990	0.20
Mg 1 + Ni 2	1.240	1.251	0.88	2.990	2.990	0.00
Mg 1 + Cu 2	0.992	1.00	0.81	3.592	3.592	0.00
Ba 1 + Pb 2	6.978	7.019	0.57	6.235	6.284	0.75
Ba 1 + Co 2	5.582	5.648	1.20	2.984	2.995	0.36
Ba 1 + Ni 2	6.978	6.978	0.00	2.990	2.999	0.03
Ba 1 + Cu 2	5.582	5.544	0.68	3.592	3.592	0.00
Sr 1 + Pb 2	4.421	4.443	0.50	10.391	10.546	1.50
Sr 1 + Co 2	3.537	3.554	0.50	2.984	3.001	0.56
Sr 1 + Ni 2	4.421	4.470	1.30	2.990	2.982	0.26
Sr 1 + Cu 2	3.537	3.537	0.00	3.592	3.592	0.00

solution. The titration vessel was then transferred to the stirrer and the end-point traced by aid of the recording potentiometer. Three synthetic mixtures were always analysed, the first containing 5 + 5, the second 5 + 3 and the third 4 + 5 ml of each of the two metal ion solutions.

Representative results are listed in the Tables 2 and 3 and shown in Fig. 1.

Molarities of the solutions of the previously mentioned cations were calculated as shown in the case of the mixture of magnesium and lead (Table 3). The milligram amounts taken and those found by analysis (as obtained from the mean molarities) are listed in Table 4. Mixtures containing magnesium were analysed at p_H-values 8 and 11, those containing barium at p_H 8.5 or 9 and 11 and those involving strontium at p_H 8.1 and 11. The jumps in the region of the end-points amounted to an average of 60 mv as shown in Fig. 1.

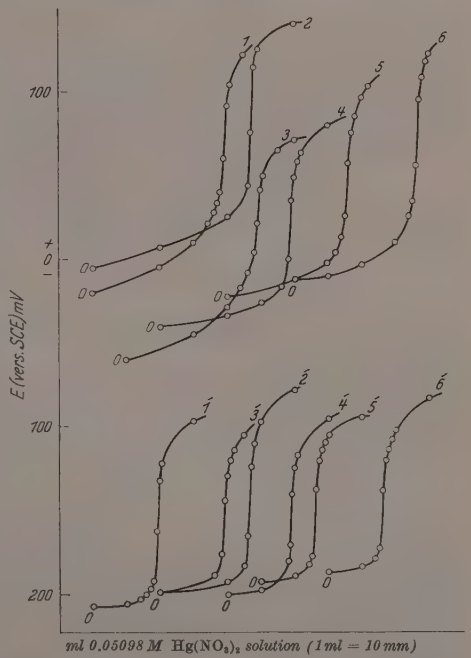


Fig. 1. Titration curves. *1* 5 ml Mg 0.0102 M + 5 ml Pb 0.01003 M + 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml Buffer p_H 8; *2* 5 ml Mg 0.0102 M + 3 ml Co 0.01012 M + 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml Buffer p_H 8; *3* 5 ml Ba 0.01016 M + 5 ml Pb 0.01003 M + 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml Buffer p_H 9; *4* 5 ml Ba 0.01016 M + 5 ml Ni 0.01014 M + 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml Buffer p_H 8.5; *5* 5 ml Sr 0.01009 M + 5 ml Cu 0.0113 M + 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml Buffer p_H 8.1; *6* 5 ml Mg 0.0102 M + 5 ml Cu 0.0113 M + 15 ml 0.01 M EDTA + 40 ml Buffer p_H 8 1′,2′,3′,4′,5′,6′ Same as 1—6 p_H 11

The data in Table 4 show fair agreement in almost all cases between the amounts taken and those found by analysis following the previously mentioned procedure.

Summary

Mercuric nitrate has proved to be a suitable back titrant for EDTA solutions in excess of the amounts reacting quantitatively either with one of the tetrad lead, cobalt, nickel or copper in the presence of one of the triad barium, strontium or magnesium at p_H 8 or 9, or with both cations at p_H 11. This behaviour was the basis underlying the analysis of binary mixtures of the possible combinations between cations of the two groups. The end-points were detected potentiometrically with reasonable jumps and with fair agreement with the theoretical equivalence points.

References

[1] Brown, E. G., and T. J. Hayes: Anal. chim. Acta **9**, 1 (1953); vgl. diese Z. **143**, 211 (1954). — [2] Khalifa, H.: Anal. chim. Acta (under publication). — [3] Schwarzenbach, G.: Die komplexometrische Titration. Stuttgart: Ferdinand Enke 1955.

Doz. Dr. H. Khalifa, Cairo Univ., Fac. Science, Chem. Dept., Guiza, Egypt.

Aus dem Institut für Allgemeine Chemie der Landwirtschaftlichen Universität Budapest

Schnellbestimmung von Alkalihydrogencarbonaten in Gegenwart von Alkalicarbonaten mit einem Fällungsverfahren

Von

L. Szekeres und E. Bakács-Polgár

(Eingegangen am 9. September 1957)

Zur Bestimmung von Alkalihydrogencarbonaten und Alkalicarbonaten nebeneinander gibt es zwei bekannte Methoden, nämlich die Methode von Winkler[3] und die von Warder[4]. Nach Winkler wird das zu untersuchende Gemisch von Alkalicarbonat und Alkalihydrogencarbonat mit Bariumchlorid und mit einer bekannten Menge überschüssiger Natronlauge vermischt, dann wird der Alkaliüberschuß in Gegenwart von Phenolphthalein mit Salzsäure zurücktitriert. Der Gehalt an Alkalihydrogencarbonat kann aus dem Titrationsergebnis berechnet werden. Das Winklersche Verfahren hat jedoch zwei wesentliche Fehlerquellen: Enthält die angewandte Natriumhydroxydlösung Natriumcarbonat, so ergibt sich dieser Carbonatgehalt als Alkalihydrogencarbonat. Ferner können bei der Titration mit Salzsäure in einer $BaCO_3$-enthaltenden Flüssigkeit die zugegebenen Säuretröpfchen einen kleinen Teil des Niederschlages auflösen.

Nach Warder wird die Alkalicarbonat und Alkalihydrogencarbonat enthaltende Lösung in Gegenwart von Phenolphthalein mit Salzsäure titriert und die Dissoziation des Alkalihydrogencarbonats durch Natriumchlorid oder Kaliumchlorid herabgesetzt. Obwohl das Phenolphthalein Hydrogencarbonate nicht anzeigt, wird seine Indicatortätigkeit — besonders in der Nähe des Endpunktes — durch die Anwesenheit von freiem (gelöstem) Kohlendioxyd gestört. Dadurch wird die Beobachtung der Farbenänderung erschwert und die Genauigkeit der Methode beeinträchtigt.

Um diese Nachteile zu vermeiden, titrieren Kőszegi u. Salgó[1] Gemische von Alkalicarbonaten und Alkalihydrogencarbonaten in Gegenwart von Natriumchlorid oder Kaliumchlorid und Phenolphthalein als Indicator mit Bariumchloridlösung. Diese Titration ergibt den Gehalt an Alkalicarbonat. Es wird sodann eine bekannte Menge überschüssiger Salzsäure zugegeben, und das Gemisch in Anwesenheit von Methylorange mit Alkali titriert. Aus dem Ergebnis dieser zweiten Titration wird die Summe Carbonat + Hydrogencarbonat berechnet.

Unserer Meinung nach ermöglicht keine der bekannten Methoden die unmittelbare Bestimmung der Alkalihydrogencarbonate neben Alkalicarbonaten. Nach Warder und Kőszegi werden nämlich die Carbonate gemessen und die Menge der Alkalihydrogencarbonate errechnet, während nach Winkler der Gehalt an Hydrogencarbonaten nur indirekt gemessen wird.

Die Lösung des Problems ist uns innerhalb gewisser Grenzen in Anlehnung an das vor kurzem veröffentlichte Verfahren zur Bestimmung von Alkalihydroxyden neben Alkalicarbonaten[2] gelungen. Man verfährt wie folgt:

Die Lösung der Alkalihydrogencarbonate und Alkalicarbonate wird mit Natriumchlorid oder Kaliumchlorid und Bariumchlorid versetzt, worauf das Carbonation als Bariumcarbonat ausfällt, während die Hydrogencarbonate in Lösung bleiben. Ohne den Niederschlag abzufiltrieren, titriert man in Gegenwart von Phenolphthalein mit Natriumhydroxydlösung bis zur Rotfärbung. Nach der Gleichung

$$NaHCO_3 + NaOH + BaCl_2 = 2\,NaCl + H_2O + BaCO_3$$

entspricht 1 Mol NaOH 1 Mol $NaHCO_3$.

Der Faktor der Natriumhydroxyd-Maßlösung wird nach Szekeres u. Bakács-Polgár[2] mit einer Zinkchloridlösung ermittelt, da bei dieser Titration im Gegensatz zur Einstellung mit Säure nur der Natriumhydroxydgehalt erfaßt wird, ein Carbonatgehalt der Maßlösung also keine Störungen verursacht.

Zur Prüfung unseres Verfahrens wurde frisch hergestellte 0,2 n $KHCO_3$-Lösung in Anteilen von 3 ml mit 0,5—4,0 ml 0,1 m Na_2CO_3-Lösung und 1 g KCl, dann mit 15 ml 0,1 m $BaCl_2$-Lösung vermischt, und in Gegenwart von Phenolphthalein sofort mit 0,1 ml Natronlauge bis zum Erscheinen der roten Farbe titriert. Analysenreines $KHCO_3$ (Kahlbaum) ergibt nach dieser Methode einen beinahe 99%igen Gehalt (Tab. 1, S. 416/17). Die Analysenergebnisse ändern sich auch nicht, wenn man das Kaliumhydrogencarbonat nach Winkler reinigt. Aller Wahrscheinlichkeit nach gibt $KHCO_3$ bei seiner Lösung in Wasser etwas CO_2 ab. Dafür spricht auch die Beobachtung, daß die reine Lösung bei Zugabe von Bariumchlorid trüb wird, obwohl die Hydrolyse des Kaliumhydrogen-

carbonats durch Kaliumchlorid zurückgedrängt worden ist. Nach Zugabe des Bariumchlorids soll man sofort titrieren, da unseren Erfahrungen zufolge die $KHCO_3$-Lösung beim Stehen allmählich Kohlendioxyd verliert.

Wie Tab. 1 zeigt, ergibt auch die Titration der Na_2CO_3-haltigen Lösungen befriedigende Werte, solange die Molkonzentration der Carbonate nur etwa die Hälfte bis höchstens zwei Drittel der Molkonzentration der Hydrogencarbonate beträgt. Bei höheren Carbonatkonzentrationen findet, wie aus der Tabelle ersichtlich, ein Mehrverbrauch an Alkali statt, wahrscheinlich deshalb, weil größere Mengen von Niederschlag in bedeutendem Maße OH-Ionen adsorbieren. (Der Mehrverbrauch kann durch Erhöhung der zugegebenen Menge von Bariumchlorid oder Kaliumchlorid nicht vermindert werden.)

Tabelle 1

Zu 3 ml 0,2 n Alkalihydrogencarbonatlösung zugegebene		Durch 3 ml 0,2 n Alkalihydrogencarbonatlösung verbrauchte 0,1 n Natronlauge, Mittelwert				Gehalt an Alkalihydrogencarbonat
0,1 m Na_2CO_3-Lösung ml	0,1 m $BaCl_2$-Lösung ml	ml				%
Bei der Titration von $KHCO_3$						
0	15	5,85 5,88 5,85	5,86			98,70
0,5	16	5,85 5,85 5,85	5,85			98,54
1	16	5,85 5,85 5,88	5,86			98,70
1,5	16	5,85 5,85 5,88	5,86			98,70
2	17	5,88 5,85 5,88	5,87			98,86
2,5	18	5,90 5,93 5,90	5,91			99,54
3	18	5,95	5,95	6,00	5,97	100,6
	22	6,00	6,00	5,98	5,99	100,9
4	20	6,20 6,15 6,15	6,16			103,8

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Zu 3 ml 0,2 n Alkalihydrogencarbonatlösung zugegeben		Durch 3 ml 0,2 n Alkalihydrogencarbonatlösung, verbrauchte 0,1 n Natronlauge Mittelwert		Gehalt an Alkalihydrogencarbonat
0,1 m Na_2CO_3-Lösung ml	0,1 m $BaCl_2$-Lösung ml	ml		%
Bei der Titration von $NaHCO_3$				
0	15	5,85 5,88 5,85	5,86	98,72
0,5	16	5,88 5,88 5,85	5,87	98,88
1	16	5,90 5,85 5,85	5,87	98,88
1,5	16	5,85 5,88 5,88	5,87	98,88
2	17	5,85 5,88 5,88	5,86	98,72
2,5	18	5,93 5,90 5,90	5,91	99,56
3	18	5,95 5,95 5,98	5,96	100,4
4	20	6,00 6,05 6,05	6,03	101,6

Versuche

Die verwendeten Reagentien waren durchweg analysenreine Präparate. Alle Lösungen wurden mit ausgekochtem und abgekühltem destilliertem Wasser hergestellt.

Arbeitsmethode

Eine ungefähr 0,04 g HCO_3^- entsprechende Substanzmenge löst man in etwa 3—5 ml ausgekochtem und nachher abgekühltem dest. Wasser, gibt ungefähr 1 g Kaliumchlorid oder Natriumchlorid zu und vermischt nach erfolgter Auflösung des größten Teils der Chloride mit einer solchen Menge 0,1 m $BaCl_2$-Lösung, daß die Lösung, nach Ausfallen des Bariumcarbonats etwa 0,30 g Bariumchlorid enthält. Danach titriert man unter allmählichem Schütteln des Kolbens sofort mit 0,1 n Natriumhydroxydlösung bis zur Rosafärbung von Phenolphthalein.

Nach neuen Versuchen der Verfasser können Alkalihydrogencarbonate und Alkalicarbonate nebeneinander mit größter Genauigkeit auch in folgender Weise

bestimmt werden: Die zu untersuchende Lösung von Alkalicarbonaten und Alkalihydrogencarbonaten wird mit Alkohol vermischt und der Gehalt an Carbonaten in Gegenwart von Phenophthalein mit Bariumchlorid bestimmt. Die Farbenänderung ist in diesem Falle viel genauer zu beobachten, als in Anwesenheit von Natriumchlorid. Dann gibt man der austitrierten Flüssigkeit eine bekannte Menge von überschüssigem Bariumchlorid zu, hält 2—3 min lang im Sieden und titriert den Überschuß an Bariumchlorid mit einer Natriumcarbonatlösung zurück. Einzelheiten über die in dieser Richtung angestellten Untersuchungen sollen demnächst veröffentlicht werden.

Zusammenfassung

Die zu untersuchende, Alkalihydrogencarbonat und Alkalicarbonat enthaltende Lösung wird mit Alkalichlorid und Bariumchlorid vermischt, sodann werden die Hydrogencarbonate in Gegenwart von Phenolphthalein als Indicator mit einer Natriumhydroxyd-Maßlösung titriert. Bei der Titration wird für je 1 Mol Alkalihydrogencarbonat 1 Mol Natriumhydroxyd verbraucht. Die Natriumhydroxyd-Maßlösung wird nach Szekeres u. Bakács-Polgár durch Titration mit Zinkchloridlösung eingestellt.

Literatur

[1] Kőszegi, D., u. É. Salgó: Magyar Kémiai Folyóirat **58**, 207 (1952). — Diese Z. **137**, 22 (1952/53). — [2] Szekeres, L., u. E. Bakács-Polgár: diese Z. **156**, 194 (1957). — [3] Treadwell, F. P.: Lehrbuch der analytischen Chemie. 10. Aufl. II. S. 487, Wien 1943. — [4] Warder, R. B.: Chem. News **43**, 228 (1881); vgl. diese Z. **21**, 102 (1882).

Prof. Dr. L. Szekeres, Budapest, VII. Peterdy u. 12,
Dr. E. Bakács-Polgár, Budapest, XII. Gaál József u. 28/a

Aus dem Institut für Allgemeine Chemie der Landwirtschaftlichen Universität Budapest

Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. I

Über die bromatometrische Bestimmung von Verbindungen des Arsens(III) und des Antimons(III)

Von
L. Szekeres, E. Sugár und É. Pap

(Eingegangen am 9. September 1957)

Bei bromatometrischen Untersuchungen werden für die Endpunktsindikation meistens Farbstoffindicatoren (wie Methylorange, Methylrot, Indigocarmin, p-Äthoxychrysoidin, α-Naphthoflavon, usw.) verwendet, die — mit Ausnahme des p-Äthoxy-chrysoidins und des α-Naphthoflavons[2] — irreversible Farbumschläge liefern. Wie bekannt, hat jedoch die irreversible Indikation gewisse Nachteile, unter denen besonders die

Langsamkeit der Titration hervorzuheben ist. Das am Endpunkt der Titration entwickelte elementare Brom oxydiert nämlich die Indicatorfarbstoffe in einer Zeitreaktion — und nicht unbedingt in einem stöchiometrischen Verhältnis — zu farblosen Verbindungen.

Statt der irreversiblen Farbstoffindicatoren wendete WINKLER[5] mit etwas Jod gefärbten Tetrachlorkohlenstoff als Indicator an. Da die Titration in zwei Phasen jedoch wohlbekannte Nachteile hat, konnte die Methode von WINKLER die irreversiblen Farbstoffindicatoren im allgemeinen Gebrauch nicht verdrängen.

Später wurden von SZEBELLÉDY[3] reversible anorganische Indicatoren wie z. B. AuBr, OsO_4 und kolloidales Selen empfohlen.

Wie in unserer vorläufigen Mitteilung[4] schon angegeben worden ist, hat sich die Jodstärke als ein reversibler Indicator von ziemlich allgemeiner Anwendbarkeit bei bromatometrischen Untersuchungen gut bewährt. Wenn man zur salzsauren Lösung einer Arsen(III)- bzw. Antimon(III)-verbindung — vor Anfang der Titration mit Kaliumbromat — einen Tropfen 0,1 n alkalische Jodlösung und einige Tropfen Stärkelösung gibt, färbt sich die Lösung blau. Während der Titration bleibt die blaue Farbe erhalten, da das entstehende Jodbrom durch die anwesenden Arsen(III)- bzw. Antimon(III)-verbindungen immer rasch zu elementarem Jod reduziert wird. Prinzipiell wären auch Kaliumjodid und Stärke anwendbar, der Indicatorfehler mag jedoch in diesem Falle doppelt so hoch sein, wie bei der Anwendung der alkalischen Jodlösung. Im Endpunkt der Titration wird die Lösung infolge der Entstehung von Jodbrom vollkommen farblos.

Mit dieser Methode der Indikation kann die bromatometrische Titration von Arsen(III)-verbindungen sehr leicht durchgeführt werden. Auch für die Titration von Antimon(III)-verbindungen ist das Indikationsverfahren nach unseren Erfahrungen gut anwendbar. Man muß aber langsamer titrieren, da die Reaktion zwischen dem intermediär entstehenden Jodbrom und dem Antimon(III) — wenn auch sehr rasch — so doch nicht augenblicklich verläuft.

Bei der Suche nach der günstigsten Salzsäurekonzentration für die Indikation durch Jodstärke haben wir festgestellt, daß die Titration in einer Lösung mit 3% HCl-Gehalt noch gut durchführbar ist. Eine niedrigere Salzsäurekonzentration ist ungeeignet, da elementares Jod dann durch die Verbindungen des Arsens(III) bzw. des Antimons(III) reduziert wird.

Unsere Messungen wurden in jedem Falle durch Titrationen nach GYŐRY kontrolliert. Es ergab sich, daß der Indicatorfehler bei Titrationen in 0,1 n Lösungen unbedeutend ist, wogegen er in 0,01 n Lösungen — gleichwie bei der Győryschen Methode — durch Anbringen einer Korrektur beseitigt werden muß. Zur Ermittlung der Korrektur versetzt man eine Blindprobe ebenso wie die zu untersuchende Probe mit 1 Tropfen

der 0,1 n alkalischen Jodlösung und titriert in Gegenwart von überschüssigem KBr und HCl mit der 0,01 n $KBrO_3$-Lösung bis zur vollkommenen Entfärbung. Der so erhaltene Bromatverbrauch wird vom Gesamtverbrauch in Abzug gebracht. Alle Messungen werden in der Kälte durchgeführt. Wie aus den Angaben der Tab. 1 u. 2 zu ersehen

Tabelle 1

Laufende Nummer	Angewandt ml: 0,1 n H_3AsO_3-Lösung*	Angewandt ml: 10 n Salzsäure	Angewandt ml: Wasser	HCl-Gehalt der Lösung: Normalität	HCl-Gehalt der Lösung: %	Verbraucht ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösung	Mittelwert ml	Abweichung von dem nach Győry bestimmten Zahlenwert: ml	Abweichung von dem nach Győry bestimmten Zahlenwert: %
1	10	25	65	2,60	9,50	10,30 10,30 10,30	10,30	0,00	0,00
2	10	10	30	2,08	7,60	10,30 10,28 10,30	10,29	—0,01	0,10
3	10	10	50	1,49	5,43	10,28 10,28 10,28	10,28	—0,02	0,20
4	10	10	80	1,04	3,80	10,28 10,30 10,30	10,29	—0,01	0,10
5	10	10	100	0,86	3,15	10,30 10,30 10,30	10,30	0,00	0,00
6	10	10	130	0,69	2,53	10,45 10,50 10,50	10,48	+0,18	1,8

* Bei der Titration von 10 ml H_3AsO_3-Lösung nach Győry wurden 10,30 ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösung verbraucht.

ist, ergeben die Titrationen mit den Ergebnissen der Győryschen Methode gut übereinstimmende Werte.

Zur Bestimmung von H_3AsO_3 wurden je 10 ml einer 0,01 n H_3AsO_3-Lösung nach Győry titriert. Sie verbrauchten 10.15 ml 0.01 n $KBrO_3$-Lösung (Durchschnittswert von 10 Titrationen). Bei 50 mit Jodindikation durchgeführten Titrationen wurde als Durchschnittswert ein Verbrauch von 10,30 ml 0,01 n $KBrO_3$-Lösung erhalten. Der Durchschnittswert der vom Indicator verbrauchten Meßlösung betrug 0,15 ml. Daher waren für die Oxydation von 10 ml 0.01 n H_3AsO_3-Lösung genau 10,15 ml 0,01 n $KBrO_3$-Lösung nötig. Dies stimmte vollkommen mit dem nach Győry bestimmten Wert überein.

Zur Bestimmung des Antimons wurden ebenfalls 50 Titrationen einer 0,01 n Lösung von $K(SbO)C_4H_4O_6$ durchgeführt. Der Gehalt an Kaliumantimonyltartrat wurde wieder nach GYŐRY kontrolliert. Es wurde keine Abweichung zwischen den nach GYŐRY erhaltenen und mit Jodindikation bestimmten Titrationsergebnissen beobachtet.

Tabelle 2

Laufende Nummer	Angewandt ml: 0,1 n $K(SbO)C_4H_4O_6$-Lösung*	10 n Salzsäure	Wasser	HCl-Gehalt der Lösung: Normalität	%	Verbraucht ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösung	Mittelwert ml	Abweichung von dem nach GYŐRY bestimmten Zahlenwert: ml	%
1	10	25	65	2,60	9,50	9,38 9,40 9,42	9,40	0,00	0,00
2	10	10	30	2,08	7,60	9,42 9,42 9,45	9,43	+0,03	0,30
3	10	10	50	1,49	5,43	9,42 9,40 9,44	9,42	+0,02	0,20
4	10	10	80	1,04	3,80	9,42 9,40 9,45	9,43	+0,03	0,30
5	10	10	100	0,86	3,15	9,45 9,46 9,48	9,46	+0,06	0,60
6	10	10	130	0,69	2,53	9,50 9,55 9,50	9,52	+0,12	1,2

* Bei der Titration von 10 ml $K(SbO)C_4H_4O_6$ nach GYŐRY wurden 9,40 ml 0,1 n $KBrO_3$-Lösung verbraucht.

Arbeitsverfahren. Man überträgt 10 ml der zu untersuchenden (0,1 n bzw. 0,01 n) Lösung in einen Titrierkolben, gibt 10 ml 10 n Salzsäure zu und füllt das Volumen mit destilliertem Wasser zu 100 ml auf. Die so erhaltene, ungefähr 3% HCl enthaltende Lösung wird mit ungefähr 1 ml 0,5%iger Stärkelösung und einem Tropfen 0,1 n alkalischer Jodlösung vermischt und die entstehende blaue Lösung mit 0,1 n bzw. 0,01 n $KBrO_3$-Lösung bis zur vollkommenen Entfärbung titriert. Im Falle von 0,01 n Lösungen ist der Indicatorfehler durch Blindproben zu bestimmen. — Die 0,1 n alkalische Jodlösung wird hergestellt, indem man 1,3 g Jod in 100 ml 0,5 n Alkalilauge löst.

Zusammenfassung

Bei der Titration von Arsen(III)- bzw. Antimon(III)-verbindungen mit $KBrO_3$-Lösung hat sich Jodstärke als ein reversibler Indicator gut bewährt. Die Lösung bleibt während der Titration blau und entfärbt sich

erst im Endpunkt auf Einwirkung von freigewordenem Brom (durch Entwicklung von JBr). Die Methode ist äußerst genau; bei Anwendung von 0,01 n $KBrO_3$-Maßlösung muß man jedoch eine durch Blindproben zu ermittelnde Indicatorkorrektur anbringen. Die zu untersuchende Lösung muß wenigstens 3—4% HCl enthalten, da bei niedrigeren HCl-Konzentrationen das Jod mit den Arsen(III)- bzw. Antimon(III)-verbindungen in Reaktion tritt.

Literatur

[1] Győry, S.: diese Z. **32**, 415 (1893). — [2] Schulek, E., u. Mitarb.: diese Z. **102**, 111 (1935); **115**, 185 (1938/39); Magyar Gyógyszerésztudományi Társaság Értesitöje **11**, 219 (1935). — [3] Szebellédy, L.: Magyar Gyógyszerésztudományi Társaság Értesitöje **13**, 81, 362 (1937). — Szebellédy, L., u. W. Madis: Mikrochim. Acta (Wien) **1**, 226 (1937); **3**, 1 (1938); vgl. diese Z. **113**, 45 (1938); **119**, 138 (1940). — Szebellédy, L., u. I. Tanay: Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **79**, 383 (1938). — Szebellédy, L., u. K. Schick: diese Z. **97**, 186 (1934). — [4] Szekeres, L., E. Sugár u. É. Pap: Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 264 (1957). — [5] Winkler, L.: Ausgewählte Untersuchungsverfahren für das chemische Laboratorium. Stuttgart: Enke 1931, S. 66.

Prof. Dr. L. Szekeres, Budapest, VII. Peterdy u. 12,
Dr. E. Sugár-Novák, Budapest, VIII. Kisfaludy u. 28,
Dr. É. Pap-Fekete, Budapest, XIII. Szent István park 22

Chemical Laboratories, B. R. College, Agra University (India)

Studies in Bivalent Chromium Salts

Part IV*

Determination of Persulphate, Hydrogen Peroxide and Dissolved Oxygen in Water

By
J. P. Tandon and R. C. Mehrotra

(Eingegangen am 9. September 1957)

In the present series of investigations, the determinations of potassium persulphate, hydrogen peroxide and dissolved oxygen in ordinary water, have been undertaken. Two alternative methods were followed in each case. In the first method, excess of chromous sulphate added, was found by titrating against ferric solution, using potassium thiocyanate as indicator, whereas in the second, excess of ferrous solution was taken and the ferric iron thus produced was found by titrating against chromous sulphate, using neutral red or potassium thiocyanate as indicator.

* Part III: cf. Z. analyt. Chem. **159**, 5 (1958).

Experimental

Materials used. Ferrous ammonium sulphate (B.D.H., A.R.), potassium persulphate (Merck, G.R.) and hydrogen peroxide (B.D.H., 20 vols.) were used.

Solutions used:

(i) *Chromous solution.* About 45 g of chrome alum (violet) were dissolved in a litre of water containing 12—15 ml of conc. sulphuric acid. The solution was reduced and standardised in the manner described in the earlier communications[10].

(ii) *Hydrogen peroxide.* 10 ml of 20 vols. hydrogen peroxide were made up to 250 ml.

(iii) *Ferrous sulphate.* 10% solution of ferrous sulphate containing a little sulphuric acid and a small iron wire was prepared. It was tested against thiocyanate and if found necessary was reduced by adding a few drops of chromous solution.

Determination of persulphate

Gleu[6] estimated persulphuric acid in the presence of Caros acid and hydrogen peroxide, whereas Rupp and Siebler[8] used the bromatometric method for the determination of hydrogen peroxide, peroxides and persalts. Recently Muraki[7] had shown potentiometrically that persulphate ions are reduced by Cr^{2+} in 1.8 N sulphuric acid. In the present investigation, the following two methods were used:

Method I. 25 ml of persulphate solution (about 1%) and 15 ml of 9 N sulphuric acid were taken in a conical flask and carbon dioxide bubbled. 20—30 ml of chromous solution were run in and its excess was ascertained by titrating against ferric solution, using potassium thiocyanate as indicator.

Method II. 25—50 ml of approximately 0.1 N ferrous ammonium sulphate solution were taken in a conical flask and carbon dioxide bubbled. 25 ml of the persulphate solution were then added, followed by 50—75 ml of boiling water. The whole was then allowed to cool in a current of carbondioxide. The amount of ferric iron produced was found by titrating against chromous sulphate, using neutral red or potassium thiocyanate as indicator (see Table 1).

Table 1

	Method I			Method II			Weight of $K_2S_2O_8$ actually present g
	Iron equ. of 1 ml of $CrSO_4$ soln. g	Vol. of $CrSO_4$ soln. used ml	Wt. of $K_2S_2O_8$ found g	Iron equ. of 1 ml of $CrSO_4$ soln. g	Vol. of $CrSO_4$ soln. used ml	Wt. of $K_2S_2O_8$ found g	
1	0.006038	16.83	0.2449	0.006038	16.90	0.2460	0.2461
2	0.005624	18.37	0.2490	0.005624	18.35	0.2487	0.2488
3	0.004515	23.50	0.2558	0.004515	23.55	0.2563	0.2556
4	0.004156	24.70	0.2474	0.004156	24.60	0.2463	0.2461
5	0.004280	24.91	0.2570	0.004280	24.90	0.2569	0.2556

$$K_2S_2O_8 + 2\,CrSO_4 + H_2SO_4 = 2\,KHSO_4 + Cr_2(SO_4)_3$$

Determination of hydrogen peroxide

Schönn (in 1870) used the yellow colour produced with titanium solution as a test for both the reagents. It is also used as a method for the estimation of hydrogen peroxide. Allsopp[1] measured the intensity of

the yellow colour photoelectrically. Satterfield and Bonnell[9] modified the above procedure so as to remove the effect of formaldehyde and some other oxygenated organic compounds. Stannous chloride[4] and ceric sulphate[5] were also used for its estimation. The following two methods were used here:

Method I. 10 ml of diluted solution of hydrogen peroxide were taken in a conical flask and carbon dioxide bubbled. 15—20 ml of chromous solution were run in slowly and after 2 to 3 min, its excess was found by titrating against ferric solution, using thiocyanate as indicator.

Method II. 25 ml of approximately 0.1 N ferrous ammonium sulphate solution and 10 ml of 9 N sulphuric acid were taken in a conical flask and carbon dioxide bubbled. 10 ml of hydrogen peroxide solution were then added and after waiting for about 5 min, the ferric iron produced was found by titrating against chromous sulphate, using neutral red or potassium thiocyanate as indicator (see Table 2).

The strength of hydrogen peroxide solution was checked by permanganate method also.

Table 2

	Method I			Method II			
	Iron equ. of 1 ml of $CrSO_4$ soln. g	Vol. of $CrSO_4$ soln. used ml	Strength of H_2O_2 found Vols.	Iron equ. of 1 ml of $CrSO_4$ soln. g	Vol. of $CrSO_4$ soln. used ml	Strenght of H_2O_2 found Vols.	Strength of H_2O_2 found by $KMnO_4$ method Vols.
1	0.006102	13.17	20.090	0.006102	13.15	20.060	20.142
2	0.005624	14.29	20.093	0.005624	14.30	20.106	20.142
3	0.004482	17.85	20.000	0.004482	17.90	20.055	20.106
4	0.004515	17.80	20.092	0.004515	17.80	20.092	20.106

$$H_2O_2 + 2\,CrSO_4 + H_2SO_4 = Cr_2(SO_4)_3 + 2\,H_2O$$

Determination of dissolved oxygen in water

The use of chromous salts in gas analysis[2,3,11] is well known. In the present investigation it was used to estimate dissolved oxygen in ordinary water. The following two methods were used:

Method I. 100 ml of water to be examined were taken in a conical flask in which an atmosphere of carbon dioxide was maintained. 3 ml of chromous sulphate were added and at once its excess was found by titrating against ferric solution, using thiocyanate as indicator.

Table 3

	Method I			Method II		
	Iron equ. of 1 ml of $CrSO_4$ soln. g	Vol. of $CrSO_4$ soln. used ml	Vol. (ml) of dissolved O_2 found per litre of water	Iron equ. of 1 ml of $CrSO_4$ soln. g	Vol. of $CrSO_4$ soln. used ml	Vol. (ml) of dissolved O_2 found per litre of water
1	0.006004	1.25	7.50	0.006004	1.20	7.20
2	0.006102	1.24	7.57	0.006102	1.20	7.32
3	0.005624	0.91	5.12	0.005624	0.90	5.06

$$4\,CrSO_4 + O_2 + 2\,H_2SO_4 \rightarrow 2\,Cr_2(SO_4)_3 + 2\,H_2O$$

Method II. Into a conical flask through which carbon dioxide was passing, 100 ml of the water to be examined, 5 ml of ferrous sulphate solution and 2 ml of caustic soda (20%) were introduced. The contents were allowed to stand for about 3 min and after adding 2 ml of conc. hydrochloric acid and a few drops of thiocyanate indicator, titrated with chromous sulphate (see Table 3).

Summary

As shown above, the estimations of potassium persulphate, hydrogen peroxide and dissolved oxygen in water, can be carried out with the help of chromous sulphate, by either of the two methods: (i) adding excess of chromous sulphate and titrating the excess with ferric solution using thiocyanate as indicator; (ii) adding to an excess of ferrous solution and titrating the ferric iron produced with chromous sulphate, using neutral red or thiocyanate as indicator. The results obtained by the above two methods are fairly satisfactory.

The authors' thanks are due to the College authorities for providing the necessary facilities for work.

References

[1] Allsopp, C. B.: Analyst **66**, 371 (1941). — [2] Anderson, R. P., and J. Riffe: J. Ind. Engng. Chem. **8**, 24 (1916); cf. Z. analyt. Chem. **57**, 551 (1918). — [3] Annon: Chemiker-Ztg. **56**, 452 (1932); Power **75**, 756 (1932). — [4] Bertalan, J. von: Chemiker-Ztg. **40**, 373 (1916); cf. Z. analyt. Chem. **56**, 113 (1917). — [5] Furman, N. H., and J. H. Wallace jr.: J. Amer. chem. Soc. **51**, 1449 (1929); cf. Z. analyt. Chem. **83**, 203 (1931). — [6] Gleu, K.: Z. anorg. allg. Chem. **195**, 61 (1931); cf. Z. analyt. Chem. **94**, 209 (1933). — [7] Muraki, I.: J. chem. Soc. Japan, pure Chem. Sect. **76** (2), 196 (1955). — [8] Rupp, E., and G. Siebler: Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **66**, 193 (1925); cf. Z. analyt. Chem. **67**, 469 (1925/26). — [9] Satterfield, Ch. N., and A. H. Bonnell: Analyt. Chemistry **27**, 1174 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **150**, 215 (1956). — [10] Tandon, J. P., and R. C. Mehrotra: Z. analyt. Chem. **158**, 20, 189 (1957). — [11] Zikeev, T. A., and M. G. Šifrin: Zavodskaja Laborat. **13**, 1130 (1947).

Dr. R. C. Mehrotra, Department of Chemistry, Lucknow University, Lucknow (India)

Department of Chemistry, Banaras Hindu University, Banaras (India)

Gravimetric Estimation of Bismuth as Bismuthyl Dichromate

By

B. R. Sant and **E. Thomas Varkey**

(Eingegangen am 11. September 1957)

Rupp and Schaumann[2] reported the determination of bismuth by precipitating it with potassium chromate and titrating the excess chromate iodometrically by standard thiosulphate. Based on the same principle

and using potassium dichromate as the precipitant, Ščigol[4] suggested a microvolumetric method. In each case one atom of chromium is combined with one atom of bismuth to form the bismuthyl dichromate, $(BiO)_2Cr_2O_7$. Since for a 1:1 ratio an alternative possibility of hydroxy chromate, $Bi(OH)CrO_4$, also exists[1], a gravimetric study of the above reaction to ascertain the composition of bismuth chromate was undertaken.

Experimental

E. Merck's sodium bismuthate was dissolved in nitric acid and the excess acid removed by repeated evaporation on a water-bath. It was diluted as desired and the bismuth content in an aliquot determined by the standard pyrogallate method[5].

To a known volume of bismuth solution, ammonium hydroxide was added drop by drop till a white turbidity appeared. Just sufficient dilute nitric acid to redissolve this turbidity was now added and the solution heated to boiling. A measured excess of 0.5 M potassium chromate solution was added with constant stirring and the mixture boiled for about 15 min. After 8—10 hours' standing, it was filtered through a previously weighed sintered glass crucible, washed with warm water, and dried at 120—125° C to constant weight. The filtrate and the washings were collected and made up in a standard flask. The unused chromate was estimated iodometrically by standard thiosulphate or arsenious oxide solution[3]. Both these values were identical. The difference in the initial and the final volumes of thiosulphate or arsenious oxide solutions corresponds to the amount of chromium combined and hence, to the quantity of bismuth present. These results, in agreement with those obtained by earlier workers[2,4], showed that one atom of chromium is combined with one atom of bismuth, or, 1 ml of $Na_2S_2O_3$ or As_2O_3 solution is equal to 0,06966 g of bismuth. A representative set of data is entered in Table 1.

Table 1

Weight of Bi by pyrogallate method X g	Weight of $(BiO)_2Cr_2O_7$ Y g	Weight of Bi from Y a g	Weight of Bi by thio or As_2O_3 b g	Differences X—a g	Differences X—b g
0.02472	0.0396	0.02485	0.02465	—0.00013	+0.00007
0.04120	0.0655	0.04111	0.04140	+0.00009	—0.0002
0.05769	0.0920	0.05775	0.05759	—0.00006	—0.0001
0.08241	0.1310	0.08222	0.08238	+0.00019	+0.00003
0.1236	0.1965	0.1233	0.1229	+0.0003	+0.0007
0.1648	0.2630	0.1651	0.1653	+0.0003	—0.0005
0.2060	0.3285	0.2062	0.2054	+0.0002	+0.0006
0.2472	0.3940	0.2473	0.2455	—0.0001	+0.0017

The molecular weights of $(BiO)_2Cr_2O_7$ and $Bi(OH)CrO_4$ are 666 and 342 respectively. From the weights of bismuth chromate obtained experimentally, the corresponding weights of bismuth were calculated on the basis of the above two formulas. It will be seen (cf. Table 1) that the weight of bismuth obtained, on the assumption of $(BiO)_2Cr_2O_7$, compares favourably with that actually present. Thus, under the given operative

conditions, the formation of bismuthyl dichromate may be represented as

$$2Bi(NO_3)_3 + 2K_2CrO_4 + H_2O \rightarrow (BiO)_2Cr_2O_7 + 4KNO_3 + 2HNO_3 \quad (i)$$

Preliminary experiments showed that while potassium dichromate can replace chromate without affecting the reaction stoichiometry (i), the use of the latter facilitates rapid coagulation of bismuthyl dichromate into a crystalline precipitate and may therefore be preferred. It may be mentioned that the present method is well suited for quantities of bismuth not exceeding 0.3 g, since otherwise the precipitate becomes voluminous and far too inconvenient to handle. Furthermore, the utility of As_2O_3 as a primary standard for the iodometric titration of excess chromate offers an additional advantage.

Summary

Conditions are described for the quantitative precipitation of bismuthyl dichromate, $(BiO)_2Cr_2O_7$, and the suitability of this reaction for the gravimetric estimation of bismuth is shown. The use of arsenious oxide as a primary standard for the iodometric titration of excess chromate is emphasised.

Sincere thanks of the authors are due to Prof. S. S. Joshi for research facilities and to Dr. G. S. Deshmukh for keen interest in the work.

References

[1] Mellor, J. W.: A Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical Chemistry, p. 306; London: Longmans, Green & Co. 1931. — [2] Rupp, E., and G. Schaumann: Z. anorg. Chem. **32**, 362 (1902); cf. Z. analyt. Chem. **46**, 224 (1907). — [3] Sant, B. R.: Z. analyt. Chem. **148**, 176 (1955/56). — [4] Ščigol, M. B.: Zavodskaja Laborat. **14**, 276 (1948). — [5] Vogel, A. I.: A Text Book of Quantitative Inorganic Analysis, p. 507; London: Longmans, Green & C. 1948.

Dr. B. R. Sant, Post-Doctr. Res. Associate, Dptm. of Chem., Louisiana State University, Baton Rouge 3, La. (USA)

Department of Chemistry, Banaras Hindu University, Banaras (India)

Determination of Bismuth by Selenious Acid

By

B. R. Sant and E. Thomas Varkey

(Eingegangen am 11. September 1957)

The use of selenious acid for the separation and estimation of bismuth was reported by Berg and Teitelbaum[1]. Since the data on the optimum conditions for the quantitative precipitation of bismuth selenite were inadequate, a reinvestigation of this problem was undertaken. Earlier work from these laboratories has shown that arsenious oxide can

substitute thiosulphate in the iodometry of selenious acid[2], ferricyanide[3], hydrogen peroxide[5], thiocyanate[4], cerium(IV)[7] and the chromates of barium[6], lead[6] and bismuth[8]. The chief merit of these procedures is the use of As_2O_3 as a primary standard. The present paper describes on similar lines a volumetric determination of bismuth by selenious acid.

Experimental

An aqueous solution of bismuth nitrate was prepared and its bismuth content determined as described earlier[8]. Selenious acid solution, prepared by dissolving E. Merck's extrapure sample in water, was standardised iodometrically by thiosulphate[9] and by arsenious oxide[2]. To a measured volume of bismuth solution containing 0.1—0.3 g of the metal, ammonium hydroxide solution was added drop by drop till a faint white precipitate appeared. The precipitate was dissolved in just sufficient dilute nitric acid and the solution heated to boiling. A known excess of selenious acid solution was added from a pipette and the mixture boiled for about 15 min. After 8—10 hours' standing, it was filtered through a previously weighed Gooch crucible (porosity 4), washed with water till free of excess selenious acid, and dried carefully at 105—110° C to constant weight. Beyond 110° C the selenite begins to decompose. The results are returned in Table 1.

The filtrate and the washings were collected in a standard flask and aliquots titrated iodometrically by standard thiosulphate or arsenious oxide solution. The difference in the initial and the final volumes of thiosulphate or arsenious oxide solution corresponds to the amount of selenious acid reacted and hence, to the amount of bismuth present. It was observed that 3 mols of selenious acid were required for 2 mols of bismuth nitrate.

$$2Bi(NO_3)_3 + 3H_2SeO_3 \rightarrow Bi_2(SeO_3)_3 + 6HNO_3 \quad \text{(i)}$$
$$H_2SeO_3 + 4HI \rightarrow Se + 2I_2 + 3H_2O \quad \text{(ii)}$$
$$2Na_2S_2O_3 + I_2 \rightarrow Na_2S_4O_6 + 2NaI \quad \text{(iii)}$$
$$As_2O_3 + 2I_2 + 2H_2O \rightarrow As_2O_5 + 4HI \quad \text{(iv)}$$

Thus, $12\,Na_2S_2O_3$ or $3\,As_2O_3 \cong 3\,H_2SeO_3 \cong 2\,Bi$, or, in other words, 1 ml of thiosulphate or arsenious oxide solution is equal to 0.03483 g of bismuth (cf. Table 1).

Table 1

Weight of Bi by pyrogallate method X g	Weight of $Bi_2(SeO_3)_3$ Y g	Weight of Bi from Y a g	Weight of Bi by thio or As_2O_3 b g	Differences X—a g	Differences X—b g
0.0412	0.0788	0.04123	0.0414	+0.00003	—0.0002
0.05794	0.1108	0.05769	0.0575	+0.00025	+0.00044
0.08241	0.1574	0.08235	0.08246	+0.00006	—0.00005
0.1071	0.2047	0.1071	0.1065	nil	+0.0006
0.1236	0.2361	0.1235	0.1230	+0.0001	+0.0006
0.1648	0.3155	0.1651	0.1653	—0.0003	—0.0005
0.2060	0.3964	0.2074	0.2054	—0.0014	+0.0006
0.2472	0.4731	0.2476	0.2468	—0.0004	+0.0004

Data entered in Table 1 show that the experimental values of bismuth are in fair agreement with those obtained by the standard procedure.

From the weights of the precipitated bismuth selenite the weights of bismuth were computed on the assumption of the formula $Bi_2(SeO_3)_3$. These compared favourably with the standard results (cf. Table 1).

Summary

Bismuth is shown to be precipitated quantitatively as bismuth selenite by boiling an almost neutral solution of bismuth nitrate and excess selenious acid. The excess H_2SeO_3 is determined iodometrically by standard thiosulphate or arsenious oxide solution. Alternatively, the precipitated selenite may be dried at 105—110° C and weighed as $Bi_2(SeO_3)_3$.

Sincere thanks of the authors are due to Prof. S. S. Joshi for research facilities and to Dr. G. S. Deshmukh for keen interest in the work.

References

[1] Berg, R., and M. Teitelbaum: Z. anorg. allg. Chem. **189**, 101 (1930); cf. Z. analyt. Chem. **83**, 210 (1931). — [2] Deshmukh, G. S., and B. R. Sant: Analyst **77**, 272 (1951); cf. Z. analyt. Chem. **138**, 277 (1953). — [3] Deshmukh, G. S., and B. R. Sant: J. Indian chem. Soc. **29**, 543 (1952); cf. Z. analyt. Chem. **140**, 69 (1953). — [4] Sant, B. R.: Chem. Ber. **88**, 581 (1955); cf. Z. analyt. Chem. **148**, 217 (1955/56). — [5] Sant, B. R.: Chim. analytique, accepted for publication. — [6] Sant, B. R.: Z. analyt. Chem. **148**, 176 (1955/56). — [7] Sant, B. R.: Z. analyt. Chem. **158**, 252 (1957). — [8] Sant, B. R., and E. T. Varkey: Z. analyt. Chem. **159**, 425 (1958). — [9] Vogel, A. I.: A Text Book of Quantitative Inorganic Analysis, p. 362; London: Longmans, Green & Co. 1948.

Dr. B. R. Sant, Post-Doctr. Res. Associate, Dptm. of Chem., Louisiana State University, Baton Rouge 3, La. (USA)

Aus dem Institut für Allgemeine Chemie der Technischen Universität Budapest

Bestimmung von Vanadium in Reinaluminium

Von

L. Erdey und F. Szabadváry

(Eingegangen am 18. September 1957)

Die Verunreinigungen des Reinaluminiums beeinflussen in manchen Fällen seine Anwendungsmöglichkeit. So z. B. beeinflußt der Vanadiumgehalt in hohem Maße das elektrische Leitvermögen. Die meisten Bauxite enthalten Vanadium, von dem ein Teil auch noch im Reinaluminium anwesend ist. Der Vanadiumgehalt des Aluminiums beträgt meistens weniger als 0,01%. Diese geringe Menge kann man am besten auf colorimetrischen Wege erfassen. Das Vanadium besitzt jedoch sehr wenig genügend empfindliche Farbreaktionen. Zur Bestimmung des Vanadiums in Aluminium benutzt man meistens die Ammoniumphosphomolybdatreaktion, die aber infolge ihrer geringen Empfindlichkeit sehr viel an Genauigkeit zu wünschen übrig läßt. Man kann die Empfindlichkeit des

Verfahrens zwar durch Anreicherung erhöhen, wie z. B. durch Extraktion der Verbindung des Vanadiums mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat mit Chloroform[1,5], doch wird das Verfahren dadurch langwierig. Ginsberg[6] empfiehlt die colorimetrische Bestimmung des Vanadiums auf Grund der mit Wasserstoffperoyxd entstehenden Färbung. Die Trennung des Vanadiums von Aluminium ist jedoch in diesem Verfahren sehr umständlich, die Einwaage beträgt wegen der sehr schwachen Farbreaktion 10—20 g. Ein weiterer Nachteil des Bestimmungsverfahrens ist die störende Wirkung des häufig anwesenden Titans, die zu einer weiteren Komplikation des Verfahrens führt.

Wir berichteten vor kurzer Zeit über ein neues colorimetrisches Reagens zur colorimetrischen Vanadiumbestimmung, nämlich über das Variaminblau[4]. Das Reagens gibt mit Vanadium(V) eine blaue Färbung, die im Bereich von 0,5—20 μg/ml von der Vanadiumkonzentration linear abhängig ist. Die Empfindlichkeit dieser Farbreaktion des Vanadiums übertrifft bei weitem alle anderen bisher bekannten Farbreaktionen. Der spezifische Extinktionskoeffizient der Reaktion beträgt das 15fache des Extinktionskoeffizienten der Wasserstoffperoxydreaktion und das neunfache des Koeffizienten der Molybdatreaktion. Wir versuchten dieses Reagens zur Vanadiumbestimmung in Reinaluminium heranzuziehen. Es war vorauszusehen, daß die Anwesenheit des Eisens dabei ein Problem bedeuten werde, da Eisen mit Variaminblau dieselbe Färbung gibt wie Vanadium. Es war uns jedoch von früheren Versuchen bekannt, daß das Eisen(III) leicht in Komplexform maskiert werden kann.

Experimenteller Teil

Zu den Versuchen wurde ein 99,99%iges Reinstaluminium benutzt. Die Lösung des Metalls gab mit Variaminblau auch nach Oxydation keine Färbung, sie enthielt also weder Eisen(III), noch Vanadium(V) in nachweisbarer Menge. Eine spektrographische Untersuchung zeigte ebenfalls nur zu vernachlässigende Spuren dieser Elemente. Unsere früheren Untersuchungen ergaben, daß die Vanadiummenge bei einer colorimetrischen Bestimmung mit Variaminblau mindestens 20 bis 25 μg/50 ml betragen muß und weiterhin, daß das p_H-Gebiet zwischen 2 und 5 zur Bestimmung am geeignetsten ist[4]. Da man in Aluminium mit einem Vanadiumgehalt von 0,005—0,02% rechnen kann, genügt zur Einwaage 1 g des Metalls. Wir dachten zunächst daran, das Metall in Alkalilauge zu lösen, da derart das Eisen beseitigt und dann nach Ansäuern die Bestimmung einfach ausgeführt werden kann. Die Erfahrung zeigte jedoch, daß man das während des Ansäuerns sich abscheidende Aluminiumhydroxyd in saurem Gebiet dann sehr schwer oder teilweise überhaupt nicht mehr auflösen kann und daß dieser Niederschlag auch Vanadium mit sich reißt. Die thermogravimetrischen Versuche

von Erdey u. Paulik[2] zeigten, daß die morphologischen Verhältnisse eines Aluminiumhydroxydniederschlags durch den p_H-Wert der Lösung bestimmt werden. Im Bereich p_H 4—8 entsteht ein amorpher Niederschlag, bei p_H 8—10 Böhmit, bei p_H 10—12 Bayerit und über p_H 12 Hydrargillit. Während des Ansäuerns der alkalischen Lösung scheidet sich ein Teil des Aluminiums wahrscheinlich in einer Kristallform ab, deren Auflösung schwer vor sich geht. Man ging also dazu über, die Metallprobe in Säure zu lösen. Schwefelsäure wäre am besten gewesen, da bei ihr keine Reduktionsmöglichkeit vorliegt. Nachteile der Schwefelsäure sind aber die umständliche Beseitigung des Säureüberschusses und die nicht allzu gute Löslichkeit des Aluminiumsulfats, das sich häufig schon bei dem zur Colorimetrierung notwendigen Einschränken des Volumens ausscheidet. Es wurde also zur Lösung Salzsäure benutzt. Die Löslichkeit des Aluminiumchlorids übertrifft die des Sulfats, den Säureüberschuß kann man leicht vertreiben und danach den gewünschten p_H-Wert durch Auflösen des Eindampfrückstandes mit geeigneter Pufferlösung einstellen. Das Lösen des 99,99%igen Aluminiums in Salzsäure wurde durch Zusatz von wenig Quecksilber(II)-chlorid beschleunigt; gewöhnliches Reinaluminium löst sich auch ohne Quecksilberzusatz genügend rasch.

Zur Durchführung der Versuche diente eine Stammlösung, die durch Lösen von 50 g des 99,99%igen Metalls in Salzsäure (1:1) bereitet wurde. Man verdampfte auf ein kleines Volumen und verdünnte den Rest mit einer Acetatpufferlösung vom p_H-Wert 3 auf ½ Liter. 10 ml dieser Lösung enthielten also 1 g Aluminium. Je 10 ml wurden in 50 ml-Meßkolben mit Vanadiummengen zwischen 50 und 500 μg versetzt, dann fügte man 4 ml 0,5%ige Variaminblaulösung zu, füllte mit Pufferlösung zur Marke auf und maß die Extinktion der entstandenen farbigen Lösung.

Tabelle 1

V μg	E_K ohne Aluminium	E_K neben Aluminium
50	0,130	0,130
100	0,270	0,265
150	0,410	0,410
200	0,540	0,530
250	0,660	0,680
500	1,170	1,140

Aus den Daten der Tab. 1 sieht man, daß die beträchtliche Aluminiummenge die Sollwerte der Extinktion nicht beeinträchtigt.

Der Eisengehalt von Aluminium kann bis zu 0,5% betragen. Zu 10 ml der Stammlösung wurden im folgenden außer Vanadium noch 7 mg Eisen(III) und ein Maskierungsmittel für das Eisen gegeben. Natriumcitrat, Natriumoxalat oder Natriumfluorid erwiesen sich aber als ungeeignet, weil sie mit Aluminium stärkere Komplexverbindungen bilden als mit Eisen. Dagegen wurden mit dem Natriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure (ÄDTA) gute Erfolge erzielt.

ÄDTA gibt zwar auch mit Vanadium(V) eine schwache Komplexverbindung, so daß in einer reinen Vanadium(V)-lösung die mit Variaminblau entstehende Färbung auf ÄDTA-Zusatz geschwächt oder ganz zum Verschwinden gebracht wird. Gibt man aber auch Aluminium zur Lösung, so erhält man sogleich die richtigen Extinktionswerte, weil der Komplexonüberschuß durch die große Menge des Aluminiums gebunden wird. Zur Bindung des Eisens ist theoretisch die sechsfache Menge ÄDTA notwendig. Diese Menge ist aber nicht ausreichend, um das Eisen zu maskieren, vielmehr ergaben die Versuche, daß etwa die dreißigfache ÄDTA-Menge, auf das Eisen(III) gerechnet, angewendet werden muß. Kennt man die Menge des Eisens nicht, so rechnet man zur Sicherheit mit der Gegenwart von 10 mg Eisen auf 1 g Aluminium und fügt demgemäß 300 mg ÄDTA zur Lösung. Ein etwaiger ÄDTA-Überschuß beeinträchtigt die Bestimmung nicht. Umgekehrt ist ein unzureichender ÄDTA-Zusatz sofort daran zu erkennen, daß infolge der das Vanadium in der Größenordnung übertreffenden Eisenmenge mit Variaminblau eine unmeßbar starke, meistens schon rötliche Färbung erscheint.

Beim Lösen der Aluminiumprobe in Salzsäure und dem folgenden Eindampfen wird das Vanadium (V) reduziert. Man muß es also nachher wieder oxydieren. Da das Redoxnormalpotential des Systems Vanadium(V)/Vanadium(IV) + 1,1 Volt beträgt, geben alle das Vanadium oxydierenden Substanzen auch mit Variaminblau eine Färbung. Es darf also kein überschüssiges Oxydationsmittel in der Lösung verbleiben. Wir wählen Kaliumpermanganat als Oxydationsmittel, das unter den gegebenen Verhältnissen etwa anwesendes Chrom nicht oxydiert. Die Beendigung der Oxydation kann man an der Farbe der Lösung erkennen. Zur Reduktion des Permanganatüberschusses könnte ÄDTA selbst dienen, doch zeigen die Versuche, daß die Vanadiumfärbung mit Variaminblau dann etwas unbeständiger ist als sonst. Wir verwenden deshalb Oxalsäure als Reduktionsmittel, die nach früheren Versuchen[4] Vanadium(V) nur in großem Überschuß und in heißer Lösung reduziert.

Das Reinaluminium enthält außer Eisen und Vanadium im allgemeinen noch Silicium, Kupfer, Titan, Magnesium, Mangan und gegebenenfalls wenig Chrom in nach dieser Reihenfolge sinkender Menge. Um den Einfluß dieser Beimengungen auf die Vanadiumbestimmung zu prüfen, versetzten wir 1 g 99,99%iges Aluminium mit verschiedenen Mengen Vanadium, weiterhin mit Lösungen, die 5 mg Eisen(III), 200 μg Kupfer, 200 μg Titan, 200 μg Mangan, 200 μg Zink, 200 μg Magnesium und 10 μg Chrom enthielten und führten die Vanadiumbestimmung nach der unten gegebenen Arbeitsvorschrift durch. Tab. 2 zeigt, daß dabei durchaus befriedigende Resultate erhalten wurden.

Das Verfahren wurde außerdem an industriellen Aluminiummetallen erprobt, deren Vanadiumgehalt bekannt war und deren innerhalb breiter

Grenzen sich ändernde Gesamtzusammensetzungen in Tab. 3 wiedergegeben sind. (Den dort angegebenen Vanadiumgehalt der Proben erhielt man spektrographisch.) Die Ergebnisse der Bestimmungen des Vanadiumgehaltes nach vorliegendem Verfahren sind in Tab. 4 zusammengestellt, aus der auch die Streuung der Werte von Parallelproben entnommen werden kann. Es sei noch erwähnt, daß man bei den Proben Nr. 1 und 5 das Silicium nach Auflösen des Metalls abfiltrieren mußte, bei den übrigen Proben, d. h. unter 0,3% Siliciumgehalt, waren die Lösungen klar und wurden daher nicht filtriert.

Tabelle 2. Einwaage: 1 g Al; 5 mg Fe^{III}; 200 µg Cu, Mg, Zn, Ti; 10 µg Cr^{III}

V µg	E_K Sollwert	E_K gefunden
40	0,108	0,126
60	0,162	0,170
80	0,206	0,210
100	0,270	0,275
150	0,405	0,420
200	0,540	0,585

Tabelle 3

Nummer	Si %	Fe %	Cu %	Mg %	Mn %	Ti %	Zn %	V %	Cr %
1	0,45	0,10	0,003	0,08	0,003	0,4	0,009	0,022	0,01
2	0,23	0,12	0,002	0,03	0,006	0,02	0,009	0,010	0,02
3	0,17	0,21	0,05	0,007	0,023	0,012	0,012	0,004	0,05
4	0,10	0,055	0,001	0,001	0,001	0,012	0,017	0,004	0,001
5	0,81	0,43	0,3	0,004	0,10	0,19	0,33	0,041	0,01
6	0,03	0,065	0,009	0,13	0,019	0,005	0,12	0,012	0,002

Tabelle 4

Nummer	Vanadium %	Mittelwert %	Nummer	Vanadium %	Mittelwert %
1	0,026	0,026	4	0,006	0,0055
	0,024			0,005	
	0,026			0,005	
	0,030			0,005	
	0,025			0,007	
	0,024			0,006	
2	0,012	0,013	5	0,045	0,048
	0,012			0,050	
	0,015			0,051	
	0,013			0,046	
	0,013			0,049	
	0,012			0,050	
3	0,007	0,006	6	0,014	0,014
	0,006			0,011	
	0,006			0,014	
				0,014	
				0,014	
				0,015	

Arbeitsvorschrift

a) Notwendige Lösungen. Vanadiumvergleichslösung. 0,4592 g NH_4VO_3 p. a. löst man in 100 ml Wasser und verdünnt 10 ml dieser Lösung auf 1 Liter. 1 ml der so erhaltenen Lösung enthält 20 μg Vanadium.

ÄDTA-Lösung. 5 g des Dinatriumsalzes löst man unter gelindem Erwärmen in 50 ml 0,1 n Natriumhydroxydlösung und versetzt dann mit 50 ml 0,1 n Salzsäure. 1 ml der Lösung enthält 50 mg Reagens.

Pufferlösung p_H *3.* 1 Liter der Lösung enthält 925 ml 0,1 n Essigsäure und 75 ml 0,1 n Natriumacetatlösung.

Variaminblaulösung. Man löst 0,25 g Variaminblau-HCl p. a. in 50 ml Wasser. Die Lösung wird mit der Zeit infolge Luftoxydation blau, weshalb man nicht mehr als den Bedarf von 1—2 Tagen auf einmal bereitet.

0,1 n *Kaliumpermanganatlösung*

0,1 n *Oxalsäurelösung*

b) Bestimmung. Man löst 1 g der zu untersuchenden Aluminiumprobe (mit 0,004—0,05% Vanadiumgehalt) vorsichtig in 25 ml 1:1 verdünnter Salzsäure. Ist die Lösung klar, so dampft man sie auf dem Wasserbad fast bis zur Trockne ein und nimmt den Rückstand mit 20 ml Pufferlösung auf. Ist die Lösung infolge eines hohen Siliciumgehaltes trüb, so dampft man sie ebenfalls ein, den Rest nimmt man aber mit Salzsäure (1:1) wieder auf, filtriert, wäscht den Niederschlag mit 1:1 verdünnter Salzsäure und dampft das Filtrat neuerlich fast bis zur Trockne ein. Den Rest nimmt man wie oben mit 20 ml Pufferlösung auf. Man fügt nun 0,1 n Kaliumpermanganatlösung hinzu, bis die Lösung rosa wird, versetzt dann mit 1—2 ml 0,1 n Oxalsäurelösung und stellt die Lösung beiseite (ggf. erwärmt man gelinde auf dem Wasserbad), bis sie farblos oder vom Eisen gelb wird. Nun überführt man die Lösung in einen entsprechenden (50 oder 100 ml-) Meßkolben, fügt 6 ml ÄDTA-Lösung und anschließend 4 ml Variaminblaulösung hinzu, ergänzt mit der Pufferlösung zur Marke und photometriert die entstandene blaue Färbung nach 5 min mit dem Pulfrich-Photometer unter Verwendung des Filters S 57. Die Eichkurve ermittelt man mit Hilfe der Vanadiumstammlösung, von der verschiedene Mengen in die entsprechenden Meßkolben pipettiert, mit 4 ml Variaminblaulösung versetzt, mit Pufferlösung aufgefüllt und nach 10 min photometriert werden.

Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur schnellen Bestimmung des Vanadiumgehaltes von Reinaluminium beschrieben. Man löst 1 g der Aluminiumprobe in Salzsäure, oxydiert die Lösung mit Permanganat, entfernt dessen Überschuß mit Oxalsäure, bindet das Eisen mit ÄDTA, setzt Variaminblaulösung hinzu und photometriert. Die entstandene Färbung, stammt unter den gegebenen Verhältnissen ausschließlich vom Vanadium.

Literatur

[1] Černichov, Ju. A., u. B. M. Dobkina: Zavodskaja Laborat. **15**, 1143 (1949); vgl. diese Z. **132**, 282 (1951). — [2] Erdey, L., u. F. Paulik: Acta chim. Acad. Sci. hung. **10**, 62 (1956). — [3] Erdey, L., u. G. Rády: diese Z. **149**, 250 (1956). — [4] Erdey, L., u. F. Szabadváry: Acta chim. Acad. Sci. hung. (im Druck); diese Z. **155**, 90 (1957). — [5] Erdey, L., K. Vigh u. L. Mázor: Acta chim. Acad. Sci. hung. **4**, 259 (1954); vgl. diese Z. **146**, 207 (1955). — [6] Ginsberg, H.: Leichtmetallanalyse, S. 153. Verlag de Gruyter, Berlin 1941.

Prof. Dr. L. Erdey, Budapest XI., Gellért-tér 4 (Ungarn)
F. Szabadváry, Budapest XI., Gellért-tér 4 (Ungarn)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Industrielle hygienische Flugstaubuntersuchungen. R. C. Hirt, W. R. Doughman und J. B. Gisclard[1] berichten von einer *röntgenspektrometrischen Bestimmungsmethode für Schwermetalle in Flugstäuben*, die sich anwenden läßt in einem Konzentrationsbereich von 1—100 μg. Mit einer Strömungsgeschwindigkeit von gewöhnlich 10 l/min, die mit einem Rotameter gemessen wird, wird die Luft durch ein Glaswollefilter mit anschließendem Papierfilter (Whatman Nr. 41) gesaugt. Nach der Probennahme wird die Flugasche auf dem Filter mit Polyacrylharz fixiert und in den Probenhalter eines „Norelco"-Röntgenfluorescenz-Spektrometers eingespannt und die Zählrate (counts/sec) für die einzelnen Linien der zu bestimmenden Elemente gemessen. Den kontinuierlichen Untergrund, der neben den Linien bestimmt wird, ziehen die Verff. vom Meßwert ab. Die Verff. haben die Intensitätsverteilung des Primärröntgenstrahlbündels in der Ebene des Probenhalters untersucht, um die Probe reproduzierbar in der Zone der größten Intensität aufstellen zu können. Als Eichproben werden entsprechende konstante Lösungsvolumen auf die Filter aufgebracht und eingedampft. Auch hier wird der Rückstand mit Polyacrylharz fixiert, nachdem vorher die Begrenzung der auszunutzenden Fläche auf dem Filter ebenfalls mit Harz vorgenommen worden ist, so daß nur in dieser Fläche die Lösung absorbiert werden kann. Durch Absorption der Fluorescenzstrahlung bei Mengen von mehr als 200 μg ist die Eichkurve von da ab nicht mehr linear. Allerdings können bei solchen Mengen schon colorimetrische Methoden angewendet werden. Als Nachweisgrenze geben die Verff. die Konzentration an, bei der die Zählrate um 10 höher liegt als der Untergrund. Im einzelnen werden für die gegebenen Bedingungen, 50 kV, 50 mA, NaCl-Kristall und Heliumatmosphäre, folgende Grenzen angegeben:

Element	Ordnungszahl	benutzte Linie	Nachweisgrenze in μg
Vanadium	23	$K\alpha$	1,5
Chrom	24	$K\alpha$	0,7
Eisen	26	$K\alpha$	0,5
Kobalt	27	$K\alpha$	0,9
Nickel	28	$K\alpha$	0,9
Zink	30	$K\alpha$	0,6
Platin	78	$L\alpha_1$	6,6
Quecksilber	80	$L\beta_1$	7,8
Blei	82	$L\alpha_1$	7,0

F. Rosendahl

Die Bestimmung von Beryllium in Legierungen und Konzentraten durch radiometrische Titration[2] beschreiben I. P. Alimarin und I. M. Gibalo[3]. Be-

[1] Analyt. Chemistry **28**, 1649—1651 (1956). American Cyanamid Co., Stamford, Conn. und New York, N. Y. (USA).

[2] Vgl. Alimarin, I. P., u. I. M. Gibalo: Zavodskaja Laborat. **22**, 635 (1956); vgl. diese Z. **155**, 460 (1957).

[3] Zavodskaja Laborat. **23**, 412—416 (1957) [Russisch]. Univ. Moskau.

ryllium bildet mit Ammoniumphosphat bei p_H 5—5,5 einen formelreinen Niederschlag von Be-Orthophosphat $Be_3(PO_4)_2$. Die Be-Lösungen werden auf p_H 5 —5,5 gebracht und mit einer etwa 0,1 m Lösung von sekundärem Ammoniumphosphat titriert, die ^{32}P enthält. Die Aktivität der Lösung wird vorher mit einem Geiger-Zähler bestimmt, sie soll je ml Lösung 20000 bis 30000 Ausschläge/min betragen. Nach jeder Zugabe von Phosphatlösung wird der Be-Niederschlag abzentrifugiert und die Aktivität der überstehenden Lösung gemessen. Die Titrationskurven zeigen am Äquivalenzpunkt einen scharfen Knick. Der Kurvenverlauf bei verschiedenartig durchgeführter Titration wird diskutiert. Al, Fe, Cu, Mn, Pb, Cr, Ca, Mg, Co, Ni und eine Reihe anderer Elemente werden mit Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) komplex in Lösung gehalten. — Für die *Bestimmung von Beryllium in Bronzen* löst man 0,8—1,3 g Bronze in 15 ml Salpetersäure (1 : 1) ohne Erwärmen, dampft fast ganz ein, setzt dest. Wasser zu und erwärmt bis zur vollständigen Lösung der Salze. Nach Abkühlung füllt man in einen 25 ml-Meßkolben, neutralisiert mit 2%igem Ammoniak und füllt mit dest. Wasser auf. Man entnimmt 5 ml, versetzt mit 25 ml 7,5%iger ÄDTA-Lösung, 30 ml Acetatpuffer und 15—25 ml 15%iger Ammoniumacetatlösung und titriert mit 0,1 m sek. Ammoniumphosphatlösung, wie oben beschrieben. — *Zur Bestimmung in Konzentraten* werden 0,5—0,7 g Probe mit der vierfachen Menge Natriumfluorid 40—50 min bei 1000—1100°C im Platintiegel verschmolzen. Nach Abkühlung gibt man in den Tiegel ein wenig konzentrierte Schwefelsäure, erhitzt auf dem Sandbad bis zum vollständigem Aufschluß und bis zur Entfernung von Kieselsäure und Fluorid und verdampft die Schwefelsäure fast völlig. Der Rückstand wird in dest. Wasser gelöst und die Lösung in einen 50 ml-Meßkolben gefüllt. Man neutralisiert mit verd. Ammoniak bis zur schwachen Trübung, die man mit 1—2 Tropfen verd. Schwefelsäure wieder löst, und füllt mit dest. Wasser auf. 5 ml dieser Lösung werden mit 10—12 ml 7,5%iger ÄDTA-Lösung, 25 ml Acetatpuffer (p_H 5,23) und 15 ml 15%iger Ammoniumacetatlösung versetzt und wie oben mit 0,1 m sek. Ammoniumphosphatlösung titriert. W. Böhm

Zur flammenphotometrischen Bestimmung von Kupfer, Nickel und Mangan in Aluminiumlegierungen extrahieren J. A. Dean und C. Cain jr.[1] diese Elemente als Diäthyldithiocarbaminate mit Chloroform aus einer wäßrigen Lösung, die zur Maskierung von Eisen Citrat enthält. — *Probenvorbereitung.* Die Aluminiumlegierung wird wie üblich gelöst, die Lösung zur Trockne eingedampft, der Rückstand wird mit verdünnter Salzsäure aufgenommen. Etwaige unlösliche Bestandteile werden abgefiltert, die Lösung wird mit dest. Wasser auf ein zum Nachweis zweckmäßiges Volumen aufgefüllt. Ein aliquoter Anteil, der zwischen 25 und 500 μg des in kleinster Menge vorhandenen Elementes enthält, wird in ein 100 ml-Becherglas abgetrennt. Genügend 10%ige Natriumcitratlösung (ungefähr 1 ml je 10 mg Probe) wird zugegeben und der p_H-Wert mit einer Acetatpufferlösung auf 6,0 bis 6,5 eingestellt. Danach füllt man die Lösung in einen Schütteltrichter um und versetzt mit 10%iger Natriumdiäthyldithiocarbaminatlösung im Überschuß. Nach Zugabe von 10 ml Chloroform wird 30 sec geschüttelt und die Chloroformphase in einen 25 ml-Meßkolben gefüllt. Die Extraktion wird zwei- oder dreimal mit je 25 ml Chloroform wiederholt, bis die Chloroformphase farblos bleibt. Die gesammelten Extraktionen werden mit Chloroform auf 25 ml aufgefüllt und in einer Acetylen-Sauerstoffflamme angeregt. Die Extraktion mit Chloroform bringt dabei noch den Vorteil, daß in der Flamme die zu messenden Linienintensitäten vier- bis sechsmal höher liegen als bei einer wäßrigen Lösung. Gemessen werden die Linien Cu: 324,7 mμ, Mn: 403,2 mμ und Ni: 352,5 mμ mit einem Beckman DU-Spektralphotometer mit Flammenzusatz und Multiplier bei einer Spaltbreite von 0,030 mm. Die

[1] Analyt. Chemistry **29**, 530—532 (1957). Univ. Knoxville, Tenn. (USA).

Untergrundstrahlung wird bei 325,3 mμ (Cu), 401 mμ (Mn) und 353,5 mμ (Ni) gemessen und von den zugehörigen Linienintensitäten subtrahiert. Die Gasmenge für die Flamme wird mit einem Strömungsmesser eingestellt (Acetylen: ~ 61 l/Std; Sauerstoff: ~ 129 l/Std). Das von den Verff. benutzte Gerät ist mit einer Registriereinrichtung ausgestattet. Eichkurven werden mit analog behandelten Lösungen von Kupfer-, Mangan- und Nickelsalzen aufgestellt. Sie sind für Mangan und Nickel bis 20 μg/ml und für Kupfer bis 15 μg/ml linear. Bei Proben, deren Kupfergehalt mehr als 20mal größer ist als die Nickel- bzw. Mangankonzentrationen, wird zur Analyse der beiden Elemente nach der Extraktion die zur Trockne eingedampfte Substanz in 1 n Salzsäure gelöst und genügend 5% ige Thioacetamidlösung zugefügt, um ungefähr 90% des vorhandenen Kupfers zu fällen. Das Ganze wird einige min auf 80° C erwärmt und der Niederschlag abfiltriert. Das Filtrat wird dann wie oben weiterbehandelt. Nach der angegebenen Methode können Aluminiumproben mit bekannten Gehalten mit guter Genauigkeit analysiert werden. Blei, Zink und Eisen, die teilweise auch mit extrahiert werden, verursachen keine Störungen, solange die Gehalte unter 400 μg/ml liegen. F. Rosendahl

Eine schnelle flammenphotometrische Bestimmungsmethode für Mikromengen Natrium in Bleimetall. S. Fukushima, S. Iwata, S. Kume und M. Shigemoto[1] teilen mit, daß ungefähr 0,002% Natrium in Bleimetall flammenphotometrisch nach der Zugabemethode bestimmt werden kann. Diese Methode gestattet den Natriumnachweis in Gegenwart anderer Begleitelemente. Nur das Blei wird als Bleisulfat abgetrennt, um gesundheitsschädigende Wirkungen beim Zerstäuben in der Flamme zu vermeiden. Die Untersuchungen werden mit einem Beckman DU-Flammenphotometer mit Multiplier und Flammenzusatzgerät 9200 durchgeführt. Man mißt die Intensität der Natriumlinie 589 mμ. Der Untergrund wird bei 580 und 598 mμ bestimmt. Voraussetzung für die Methode ist die Linearität der Eichkurve, damit zur Berechnung des Gehaltes die Formel: $x = \Delta(R_x - R_o)/(R_{x+\Delta} - R_x)$ verwendet werden kann. (x = unbekannter Gehalt, Δ = bekannter zugegebener Gehalt, R_o = Intensität des Untergrundes, R_x = Intensität der Linie bei der Konzentration x, $R_{x+\Delta}$ = Intensität der Linie bei der Konz. $x + \Delta$.) Eine Probe kann nach dieser Methode von zwei Chemikern in 2—3 Std analysiert werden. Die Übereinstimmung mit früheren Methoden ist ausreichend. F. Rosendahl

Zur Bestimmung des aktiven (freien) Titans in Titanpulvern, die in der Pyrotechnik verwendet werden, lösen M. Codell, R. P. Egan und G. Norwitz[2] eine abgewogene Titanpulverprobe in einer Mischung von Fluoborsäure und Schwefelsäure und messen das durch die Reaktion entwickelte Wasserstoffvolumen. Die ermittelten Ergebnisse weichen um nicht mehr als 0,3% von den durch die übliche Differenzmethode erhaltenen Zahlen ab [bei der man alle Verunreinigungen (Titandioxyd, Titancarbid und Titannitrid) bestimmt und vom Gesamttitangehalt abzieht]. — *Arbeitsweise.* Man zersetzt eine geeignete Menge der Probe (0,001426 g Ti entwickelt unter Normalbedingungen 1 ml H_2) in 75 ml einer Mischung aus 280 ml etwa 50% iger Flußsäure + 130 g Borsäure (anteilweise Zugabe bei 5° C) + 700 ml 5% iger Schwefelsäure, die mit H_2-Gas gesättigt ist. Dazu bringt man die abgewogene, in Filterpapier gewickelte Probe in den Hals des Reaktionskolbens, wo sie durch einen Eisenstab gehalten wird. Nach Verschließen der Apparatur und Einstellen des Meniskus im Eudiometerrohr zieht man den Eisenstab durch einen

[1] Jap. Analyst **5**, 704—707 (1956) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Osaka (Japan).

[2] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 228—233 (1957). Pitman-Dunn Labs., Frankford Arsenal, Philadelphia, Pa. (USA).

Magneten in ein seitliches Ansatzrohr, so daß die Probe in die Säuremischung fällt. Man erhitzt durch Einstellen in heißes Wasser bis auf höchstens 85° C, wobei sich die Probe in spätestens 3 min löst. Wegen der erhöhten Temperatur ist das Eudiometerrohr mit einer Ausweichflasche verbunden. Zwischen Reaktionskolben und Eudiometerrohr befindet sich ein mit Ascarit gefülltes U-Rohr, um Spuren von entwickeltem Schwefelwasserstoff zurückzuhalten. Nach Abkühlung auf die Ausgangstemperatur liest man das entwickelte H_2-Volumen ab, rechnet auf Normalbedingungen und schließlich auf den Titangehalt um. HILDEGARD PLUSKAL

Zur Bestimmung des Tantals in Titanlegierungen durch UV-Spektrophotometrie verwenden B. M. DOBKINA und JE. I. PETROVA[1] das von J. I. DINNIN[2] für die Ta-Bestimmung in Erzen empfohlene Verfahren. Der Titan-Pyrogallolkomplex absorbiert im Ultraviolett bei 325 mμ etwa 70mal weniger als der Tantalkomplex. Um Störungen durch die großen Titanüberschüsse zu vermeiden, wird deren Hauptmenge zunächst durch Tanninfällung des Tantals abgetrennt. Störende Elemente wie Sb, W, Mo, U (vgl.[2]) kommen in Titanlegierungen nicht vor. Die Störung durch Nb ist gering[2]. — *Analysengang.* Man läßt auf etwa 0,4 g der Legierung 50 ml Salzsäure (1 : 4) und 5 ml 20%ige Ammoniumfluoridlösung zunächst etwa 1 Std in der Kälte einwirken, worauf man auf dem Sandbad bis zur möglichst vollständigen Lösung des Metalls schwach erwärmt und 20 Tropfen Salpetersäure (D 1,4) zugibt. Man kocht dann bis zur Vertreibung der Stickstoffoxyde, füllt nach Abkühlung in einem 100 ml-Meßkolben mit dest. Wasser auf und nimmt 50 ml ab. Diese werden mit 50 ml Salzsäure (D 1,19), 15 ml Wasser und 5—6 g Borsäure versetzt. Man erwärmt bis zur Lösung der Borsäure und gibt unter Rühren 100 ml heiße, 2%ige wäßrige Tanninlösung zu, kocht 10—15 min und läßt über Nacht stehen. Der Niederschlag wird durch ein hartes Filter filtriert und 5—6 mal mit einer Lösung, die 0,5% Tannin und 2% Salzsäure enthält, gewaschen. Der getrocknete Niederschlag wird in einem Quarztiegel mit 3 g Kaliumpyrosulfat unter Zusatz eines Tropfens konz. Schwefelsäure bis zum klaren Fluß geschmolzen. Nach Abkühlung wird der Schmelzkuchen unter Erwärmen und Rühren in 25 ml 5%iger Ammoniumoxalatlösung gelöst, die Lösung wird in einem 50 ml-Meßkolben aufgefüllt. Ein aliquoter Teil, der etwa 25—350 μg Ta enthält, wird in einem engen Becherglas von 25 ml Inhalt so weit verdünnt, daß die Lösung etwa 25 mg Ammoniumoxalat und 30—100 mg Kaliumpyrosulfat enthält. Man gibt 1 ml Wasser, 5 ml 8n Salzsäure und 2 ml 20%ige Pyrogallollösung (nach DINNIN[2]) in genau abgemessenen Mengen zu, mischt sorgfältig und mißt nach 10—15 min in einer 1 cm-Küvette bei 325 mμ. Es wird noch 1 μg Ta/ml erfaßt. W. BÖHM

Eisen, Stahl. *Über die fraktionierte Bestimmung von Wasserstoff in Stählen* hat B. A. ŠMELEV[3] Untersuchungen angestellt. Der Wasserstoff wird aus den Stählen in 4 Fraktionen abgegeben, wenn man die Stahlproben im Vakuum erhitzt. Die erste Fraktion tritt bei Zimmertemperatur oder schnellem Erhitzen auf 200° C aus, die zweite bei 600—650° C aus α-Eisen, bei 1000—1100° C aus γ-Eisen. Die dritte Fraktion entwickelt sich nur aus der Schmelze, d. h. bei etwa 1300° C, die vierte bei Temperaturen von 1500—1600° C. Verf. beschreibt eine geeignete Apparatur zur Bestimmung des Volumens des ausgetriebenen Gases. Die untersuchten Stahlproben werden vorher elektrolytisch in einer 5%igen Schwefelsäure mit wenig Thiosulfatzusatz mit H_2 gesättigt, worauf man den zeitlichen Verlauf der H_2-Abscheidung

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 421—422 (1957) [Russisch].

[2] Analyt. Chemistry **25**, 1803 (1953); vgl. diese Z. **144**, 370 (1955).

[3] Zavodskaja Laborat. **23**, 263—269 (1957) [Russisch]. Zentrales wiss. Forsch.-Inst. f. Technol. u. Maschinenbau.

mißt. Die Wasserstoffentwicklung verläuft im Ferrit leichter als im Austenit. Die Methode wird auf verschiedene Stähle, z. B. auf hitzebeständigen Niobstahl angewendet und der verschiedene Verlauf der Gasabscheidung sowie die Hydridbildung mit verschiedenen Legierungselementen werden gezeigt. Die Leichtigkeit der Wasserstoffabgabe aus Fe-Legierungen geht in folgender absteigender Reihenfolge: Ferroniob—Ferrovanadium—Ferrozirkonium—Ferrotitan. W. Böhm

Ein neues Verfahren zur Probenahme von beruhigtem und unberuhigtem flüssigen Stahl für die Sauerstoff- und Wasserstoffbestimmung beschreiben H. Schenck, K. H. Gerdom und K.-G. Schmitz[1]. Durch Verwendung von Quarzpipetten, die auf $1 \cdot 10^{-4}$ Torr evakuiert und mit leicht aufschmelzenden Weicheisenkappen verschlossen sind, wird der Gesamtgasgehalt des flüssigen Stahles erfaßt. Für die Sauerstoffbestimmung verwendet man unberuhigte und mithin tonerdefreie Proben; damit ist eine Sauerstoff-Schnellbestimmung innerhalb 10—15 min durchführbar. Einzelheiten sind dem mit 3 Abb. versehenen Original zu entnehmen.

H. Garschagen

L. Sommer[2] beschreibt photometrische Methoden zur *Bestimmung von Titan in legierten Stählen*, die etwa 0,1—1% Ti und bis zu 9,8% Ni und 19,5% Cr enthalten können. Die Bestimmungen erfolgen auf Grund der Titanreaktionen mit *Chromotropsäure, Gallussäure oder Pyrogallolcarbonsäure*. Bei der in erster Linie zu empfehlenden Reaktion mit Chromotropsäure(I) enthält die entstehende rotorange bis orange gefärbte Lösung ein Gemisch der Komplexe TiR_3 und $Ti(OH)R_3$, deren gegenseitiges Mengenverhältnis sehr von den Versuchsbedingungen abhängt[3]. Mißt man aber im isosbestischen Punkt bei 466—470 mμ, in welchem die beiden Komplexe den gleichen Extinktionskoeffizienten haben, so ergeben sich unabhängig vom Mengenverhältnis der Komponenten gute Resultate. Anwesendes Eisen(III) wird mit Ascorbinsäure zu dem nicht störenden Fe^{II} reduziert. Man arbeitet am besten bei p_H 3,1 bis 3,4 (wenn viel Eisen zugegen ist, nicht über p_H 3,2). (In dem von W. Koch und H. Ploum[4] angewendeten Bereich von $p_H \leq 2{,}5$ ist die Komplexbildung nicht immer quantitativ.) Die p_H-Einstellung soll erst *nach* Reagenszusatz erfolgen. Das Beersche Gesetz ist im Bereich 0,23 bis 3,43 μg Ti/ml ($d = 1$ cm) erfüllt. Die Analysenfehler sind nicht größer als 2% (relativ). 0,2 μg Ti/ml können noch neben dem 10600fachen Fe-Überschuß sicher erfaßt werden. — Mit Gallussäure(II) oder Pyrogallolcarbonsäure(III) entwickeln sich die Titankomplexe im p_H-Bereich 3,5 bis 5,8 quantitativ, bei Eisenüberschuß soll aber nach Reduktion mit Ascorbinsäure p_H 3,5—3,6 nicht überschritten werden. Die Absorptionsmaxima der Komplexe liegen im UV-Gebiet, doch geben auch die Messungen im sichtbaren Licht (420—430 mμ) bei etwas verminderter Empfindlichkeit gute Resultate. Das Beersche Gesetz ist im Bereich 0,6—4 μg Ti/ml erfüllt. — *Ausführung.* Man löst 0,1 g Stahl in 5 ml Schwefelsäure (1:4), filtriert, schmelzt den geglühten Filterrückstand mit wenig $K_2S_2O_7$, nimmt die Schmelze mit 5 ml Wasser + 3 Tropfen Schwefelsäure (1:4) auf, filtriert wieder und ergänzt die vereinigten Filtrate mit Wasser auf 100 ml. Von dieser Lösung versetzt man 10 ml mit 10 ml 2%iger Ascorbinsäurelösung, erwärmt auf 60—70° C und fügt noch warm 10 ml 1%ige Reagenslösung und 10 ml Pufferlösung (57 ml 98—100%ige Ameisensäure + 28 g NaOH im Liter) zu. Man stellt dann mit einigen Tr. Ammoniaklösung auf p_H 3,1—3,4 (bei Bestimmung mit I), bzw. auf p_H 3,5—3,6 (für II oder III) ein (Glaselektrode), füllt nach dem Abkühlen zur Marke (50 ml) auf und mißt bei 470 mμ (I) bzw.

[1] Arch. Eisenhüttenwes. **28**, 123—125 (1957). Techn. Hochsch. Aachen.

[2] Chem. Listy **51**, 875—879 (1957) [Tschechisch]. Univ. Brno (Brünn) (ČSR).

[3] Okáč, A., und L. Sommer: vgl. diese Z. **156**, 442 (1957).

[4] Arch. Eisenhüttenwes. **24**, 393 (1953); vgl. diese Z. **146**, 141 (1955).

420—430 mμ (II oder III) gegen die Stahllösung ohne Farbreagentien. Beim Lösen der Stahlprobe in Salzsäure ergeben sich zu niedrige Ti-Werte. — In Anwesenheit von Mo oder W versetzt man die Lösung von 0,1—0,2 g Stahl in 20 ml Schwefelsäure (1:4) mit 5 ml 50%iger Perchlorsäure, raucht bis zum Entweichen von weißen Perchlorsäuredämpfen und noch 5 min länger ab, verdünnt nach dem Abkühlen auf 80 ml, gibt 8 g NH_4Cl zu und fällt die Hydroxyde von Fe und Ti in der Hitze mit Ammoniak. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit heißer 1%iger NH_4NO_3-Lösung bis fast zum Verschwinden der Chromatreaktion mit Diphenylcarbazid ausgewaschen, geglüht und mit Pyrosulfat geschmolzen. Man nimmt die Schmelze mit 10 ml Wasser + 3 ml Schwefelsäure (1:4) auf, verdampft auf ein kleines Volumen, filtriert, füllt das Filtrat auf 50 oder 100 ml auf und verfährt weiter wie beschrieben. A. Kurtenacker

Zur Bestimmung von Titan in Plutonium-Titanlegierungen wird nach K. S. Bergstresser[1] Plutonium mit Wasserstoffperoxyd in perchlorsaurer Lösung gefällt und der gelbe Titanperoxydkomplex im Filtrat photometriert. Gehalte von 0,1—1,0% Titan können bei einer durchschnittlichen Abweichung von relativ 1—3% bestimmt werden. Anwesenheit von Thorium stört nicht, während Uranyl- und Niobionen den Blindwert erhöhen. — *Arbeitsweise.* Eine Probemenge mit 50—500 μg Titan und höchstens 50 mg Plutonium wird im verschlossenen Reagensglas (13×100 mm) unter Wasserkühlung in 0,25 ml 70%iger Perchlorsäure gelöst. Bei unvollständiger Lösung wird das Reagensglas in einem Aluminiumblock 10 min auf 225° C erhitzt. Nach Abkühlen auf Zimmertemperatur gibt man 1 ml 1,5 n Schwefelsäure, einige Tropfen 0,1%ige Aerosol OT-Lösung sowie eine Mischung aus 1 ml 1,5 n Schwefelsäure und 1 ml 30%igem Wasserstoffperoxyd zu, mischt gründlich und läßt verschlossen über Nacht bei Zimmertemperatur stehen. — Die Probe wird einige Minuten bei Höchstgeschwindigkeit zentrifugiert, die klare Lösung sofort abgesaugt und in einen 10 ml-Meßkolben übergeführt. Der Rückstand wird 3mal nach Durchrühren mit je 1,5—2,0 ml Waschflüssigkeit (95 ml 1,5 n Schwefelsäure + 5 ml 30%iges Wasserstoffperoxyd) mindestens 30 sec zentrifugiert. Die klaren Filtrate werden in den 10 ml-Meßkolben übergeführt. Nach Auffüllen mit Waschflüssigkeit zu 10 ml wird nochmals zentrifugiert und die Absorption der Lösung in einer 1 cm-Küvette bei 410 mμ gegen 1,5 n Schwefelsäure als Kompensationslösung gemessen. Die Eichkurve wird mit Hilfe von reinem Plutoniummetall unter Zugabe bekannter Mengen Titan(IV)-sulfatlösung aufgestellt. H. Garschagen

Zur Bestimmung von Mikrogrammengen Zirkonium in Plutoniumlegierungen und anderen Zr-haltigen Proben trennen C. E. Bricker und G. R. Waterbury[2] das Zirkonium zunächst durch doppelte Fällung mittels p-Brommandelsäure[3] aus der Probelösung ab und führen dann die Bestimmung photometrisch mit Chloranilsäure[4] durch. — *Ausführung.* Man behandelt die Legierungsprobe zur Vermeidung von Verlusten vorsichtig mit konz. Salzsäure, löst einen dabei ungelösten Rückstand mit Salpetersäure + Flußsäure, raucht mit Schwefelsäure ab und vereinigt beide Lösungen. Je nach Art der Proben kann man auch andere Lösungsverfahren anwenden, man muß nur darauf achten, daß in der schließlich erhaltenen Lösung

[1] Analyt. Chemistry **29**, 532—534 (1957). Univ. Los Alamos. N. M. (USA).

[2] Analyt. Chemistry **29**, 558—562 (1957). Scientific. Lab., Los Alamos, N. M.

[3] Klingenberg, J. J., u. R. A. Papucci: Analyt. Chemistry **24**, 1861 (1952); vgl. diese Z. **141**, 72 (1954). — Hahn, R. B.: Analyt. Chemistry **23**, 1259 (1951); vgl. diese Z. **136**, 46 (1952).

[4] Frost-Jones, R. E. U., u. J. T. Yardley: Analyst **77**, 468 (1952); vgl. diese Z. **140**, 376 (1953). — Thamer, B. J., u. A. F. Voigt: J. Amer. chem. Soc. **73**, 3197 (1951).

keine anderen Säuren als Perchlor-, Salz- und in kleineren Mengen Schwefelsäure vorhanden sind. Zur Analyse verwendet man einen aliquoten Teil mit höchstens 100 μg Zr, bringt im 15 ml-Zentrifugenglas auf ein Volumen von ungefähr 3 ml, stellt mit konz. Salzsäure die Gesamt-Säurekonzentration auf 1 bis 2 m ein, fügt 2 ml 10%ige Hydroxylaminhydrochloridlösung hinzu und erhitzt 30 min im siedenden Wasserbad. Dann gibt man 5 ml 2%ige wäßrige p-Brommandelsäurelösung zu, digeriert 30 min im siedenden Wasserbad, kühlt ab, spült die Wände des Rohres mit 8—12 Tr. 0,5%iger wäßriger Aerosollösung (Arthur S. Lopine and Co.) und zentrifugiert 5 min. Die überstehende Flüssigkeit verwirft man, wäscht den Niederschlag mit 3 Tr. Aerosollösung + 2 bis 3 ml Wasser, zentrifugiert wieder, entfernt die Waschflüssigkeit, versetzt mit 7 Tr. 70%iger Perchlorsäure + 2 Tr. konz. Salpetersäure, erhitzt 3—5 min auf 200° C, verdünnt mit Wasser auf 3 ml, und wiederholt die Behandlung mit NH_2OH-HCl und p-Brommandelsäurelösung. Nach dem 30 min langen Erhitzen wird gekühlt, zentrifugiert und wie bei der ersten Fällung gewaschen. Den Niederschlag versetzt man sodann mit 3 Tr. 70%iger Perchlorsäure + 2 Tr. konz. Salpetersäure und erhitzt wie ebenfalls oben beschrieben. Die erhaltene Lösung bringt man in einen 25 ml-Meßkolben und füllt mit 2 m Perchlorsäure zur Marke auf. In einen 10 ml-Meßkolben gibt man 3 ml Chloranilsäurelösung (90 mg gereinigtes Reagens gelöst in 100 ml Wasser), füllt mit der Probelösung zur Marke auf und mißt die Absorption bei 350 mμ gegen eine Blindlösung (3 ml Chloranilsäurelösung mit 2 m Perchlorsäure auf 10 ml auffüllen). Die Eichkurve wird mit bekannten Zr-Mengen aufgestellt. Bei Zr-Konzentrationen unter 20 μg ist es ratsam, die Lösung des Niederschlages direkt im 10 ml-Meßkolben zusammen mit dem Reagens aufzufüllen, bei über 80 μg nimmt man umgekehrt ein kleineres Volumen zur Farbentwicklung. — Bei Mengen von über 15 μg Zr sind die Werte innerhalb 3% reproduzierbar. Für weniger als 10 μg Zr erhält man keine brauchbaren Werte. *Uran* führt in größeren Mengen zu etwas zu niedrigen Zr-Werten. *Hafnium* stört die Bestimmung, da es auch von p-Brommandelsäure gefällt wird. Ohne Störung kann die Bestimmung in Gegenwart von je 500 μg folgender Elemente durchgeführt werden: Al, As, Bi, Cd, Ce, Cr, Co, Cu, Pb, Mg, Mn, Hg, Mo, Nd, Ni, Ag, Sr, Sn, Ti, V und Zn. K. Brodersen

Über die besten Bedingungen zur flammenphotometrischen Bestimmung von Kalium und Natrium in Silicaten hat Z. Šauman[1] Untersuchungen angestellt, die meist bereits bekannte Tatsachen bestätigen. So wird festgestellt, daß die Natriumbestimmung hauptsächlich durch Calcium, weniger durch Kalium gestört wird, daß dagegen bei der Kaliumbestimmung in erster Linie Natrium, kaum aber Calcium störend wirkt. Gehalte bis zu 10% Fe_2O_3 oder 15% Al_2O_3 sind praktisch ohne Einfluß auf die Bestimmung der Alkalimetalle, oberhalb 15% Al_2O_3 machen sich schwache Störungen bemerkbar. Zur Ausschaltung der Fehler werden Eichkurven mit Lösungen aufgestellt, die deren Zusammensetzung in bezug auf die Mengenverhältnisse Kalium und Natrium und in bezug auf den Ca-Gehalt der Zusammensetzung der zu untersuchenden Lösungen entsprechen. Bei der Natriumbestimmung in Proben von hohem Ca-Gehalt (*Zement*, *Kalk*, *Schlacken* usw.) muß auf möglichste Übereinstimmung der Ca-Gehalte von Untersuchungs- und Eichlösung geachtet werden. — Zur Vorbereitung der Silicate für die flammenphotometrische Untersuchung übergießt man 0,5 g Probe in einer Platinschale mit Flußsäure, gibt 1 ml konz. Salzsäure zu, läßt 1—2 Std stehen, verdampft dann langsam zur Trockne und wiederholt die ganze Behandlung noch einmal. Der Rückstand wird 15 min auf 550° C erhitzt. Nach dem Abkühlen gibt man 5 ml konz. Salzsäure

[1] Chem. Zvesti **11**, 168—174 (1957) [Tschechisch]. (Mit dtsch. u. russ. Zus.fass.) Forsch.-Inst. f. Baumaterialien, Brno (Brünn) (ČSR).

und heißes Wasser zu, mischt, erhitzt $^1/_2$ Std auf dem kochenden Wasserbade, filtriert in einen 250 ml-Meßkolben, wäscht mit heißem Wasser und füllt schließlich im Kolben zur Marke auf. — Beleganalysen verschiedener Silicate weisen bei Gehalten von 0,75—3,8% Na_2O Abweichungen von —9,3 bis +4,4% (relativ) gegenüber den nach klassischen Verfahren erhaltenen Werten auf. Verf. hat seine Untersuchungen mit dem Zeiss-Flammenphotometer, Modell III, ausgeführt, gemessen wurden für Natrium die Doppellinie 5889,95 und 5895,92 Å, für Kalium die Dublette 7698,98 und 7664,91 Å. A. KURTENACKER

Zur Bestimmung von Kalium im Glas verwenden N. D. LEVINA und L. I. PANTELEJEVA[1] das gravimetrische Tetraphenyloboratverfahren. Die Fehlergrenze beträgt bei 1—2 mg K 5%, bei 5—10 mg K 1%. Dauer der Kaliumbestimmung etwa 2 Std, der Gesamtanalyse 10—12 Std. — *Ausführung.* Die feinpulverisierte Einwaage von 0,3—0,5 g Glas wird in einer Platinschale mit einigen Tropfen Wasser befeuchtet und nach Zugabe von 10 ml 40%iger Flußsäure auf einer Heizplatte bis auf 120—140° C erhitzt. Nach der völligen Entfernung der Flußsäure gibt man zum trockenen Rückstand 20—25 ml heißes Wasser sowie 1 Tr. Phenolphthaleinlösung, bedeckt die Schale mit einem Uhrglas und fügt auf dem Wasserbad portionsweise frisch geglühtes CaO bis zur beständigen Rosafärbung zu. Es werden etwa 1,5 g CaO verbraucht; ein Überschuß von 0,3—0,5 g genügt. Man beläßt unter häufigem Durchrühren 1 Std auf dem Wasserbad, filtriert und wäscht mit 10—15 ml heißem Kalkwasser (1,5 g CaO in 500 ml Wasser). Filtrat und Waschwässer werden vereinigt, mit 2 n Salzsäure neutralisiert und bei einem K-Gehalt von 2—5 mg auf 10—15 ml, bei 15—20 mg K auf 40—50 ml eingedampft. Dann setzt man einen Tropfen Methylrot zu, säuert mit 10%iger Essigsäure bis zur Rosafärbung ($p_H \sim 4$) an, erhitzt auf 40—60° C und fällt mit der berechneten Menge 0,5—1%iger Natriumtetraphenyloboratlösung zuzüglich eines Überschusses von 5—10%. [Die Reagenslösung wird in Anlehnung an den Vorschlag von M. KOHLER[2] durch Zugabe von alkalifrei gewaschenem Aluminiumhydroxyd (1 g je Gramm Tetraphenyloborat) und darauffolgendes Filtrieren gereinigt.] 3—5 min nach der K-Fällung wird das Becherglas in Eiswasser gekühlt, nach 10 min wird der Niederschlag durch einen Filtertiegel abgesaugt, mit Hilfe der Mutterlauge in den Tiegel gespült, scharf abgesaugt, 5—7 mal mit je 0,5—1 ml kaltem Wasser gewaschen, eine halbe Stunde bei 110—130° C getrocknet und gewogen. W. BÖHM

Zur Bestimmung von Beryllium in einem Beryll von der ungefähren Zusammensetzung $3\,BeO \cdot Al_2O_3 \cdot 4\,SiO_2$ empfiehlt T. AKIYAMA[3] folgende *Arbeitsweise.* Nach Bestimmung des Glühverlustes wird die Probe mit KOH-Na_2CO_3-KNO_3-Mischung geschmolzen, die Schmelze wird mit 80%iger Schwefelsäure behandelt und die Kieselsäure entfernt. Man neutralisiert das Filtrat mit NaOH, fällt FeS und NiS durch H_2S in Acetatpufferlösung und behandelt das neue Filtrat mit NH_4NO_2 zur Fällung der Hydroxyde von Al, Be und Fe(III) (Abtrennung von Ca, Mg und Na). Zur Entfernung des Fe behandelt man den Niederschlag mit einer Äther-Salzsäuremischung und fällt Al anschließend als Oxinat. Im Filtrat zerstört man das überschüssige Oxin durch Behandeln mit einer Mischung aus konz. Schwefelsäure und Salpetersäure, neutralisiert mit NaOH und trennt $Be(OH)_2$ durch Ammoniakzugabe ab. Zur Beseitigung geringer Mengen Kieselsäure im Niederschlag erhitzt man mit Flußsäure und konz. Schwefelsäure (Entfernung als SiF_4), glüht den Rückstand

[1] Zavodskaja Laborat. **23**, 285—287 (1957) [Russisch]. Polytechn. Inst. Lvov.

[2] Diese Z. **138**, 9 (1953).

[3] Jap. Analyst **6**, 26—31 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Kyoto Coll. of Pharm. (Japan).

zu BeO, das man mit 80%iger Schwefelsäure löst, einengt und aus heißem Wasser als $BeSO_4 \cdot 4H_2O$ umkristallisiert. Der untersuchte Beryll enthielt 1,82% Glühverlust, 57,89% SiO_2, 11,98% BeO, 1,02% Fe_2O_3, 22,43% Al_2O_3, 1,18% CaO, 2,26% Na_2O und 1,48% MgO. HILDEGARD PLUSKAL

Zur Kohlenstoffbestimmung in Schwefel und Schwefelerzen verwenden J. FISCHER und W. SCHMIDT[1] die von ihnen entwickelte Verbrennungsapparatur, die sich bei der Kohlenstoffbestimmung in Nichteisenmetallen[2] bewährt hat. Mit dieser Apparatur lassen sich im Schwefel noch 0,0001% C bei 1 g Einwaage auf ± 1,5% genau bestimmen. Für eine Bestimmung werden nur 15 min benötigt. Man verbrennt im Sauerstoffstrom, leitet die Gase durch Waschflaschen, die das SO_2 entfernen, schließlich in eine Barytlauge von p_H 9,9. Die Abnahme des p_H-Wertes wird dann durch Zugabe von Barytlauge aus einer Mikrobürette wieder ausgeglichen. K. BRODERSEN

Zur polarographischen Analyse von Calaminerzen auf Fe, Pb, Zn, Mn, As und Sb verwenden S. E. KHALAFALLA und M. Y. FARAH[3] folgendes Verfahren: 1 g der fein pulverisierten Probe wird mit 5 ml Wasser angefeuchtet und mit 10 ml konz. Salzsäure und 1 ml konz. Salpetersäure übergossen. Das Ende der Reaktion im zugedeckten Becherglas auf dem Wasserbad wird abgewartet, dann wird die Lösung vorsichtig abgedampft. Mit 5 ml Salzsäure wird die Säurebehandlung wiederholt, um sicherzustellen, daß vollständige Reaktion stattgefunden hat. Nach dem Abkühlen wird der Kuchen mit 0,1 m Salpetersäure-Kaliumchloridlösung als der am besten geeigneten Grundlösung für die Polarographie mehrfach extrahiert, bis der abfiltrierte Rückstand aus reiner Kieselsäure besteht, und mit solchen Mengen, daß schließlich nach Zusatz von 1 ml 0,2%iger Gelatinelösung auf 100 ml aufgefüllt werden kann. Bei der Polarographie dieser 1%igen Erzlösung (t = 3 sec, m = 1,554 mg/sec in 0,1 m KCl-Lösung bei —0,5 V gegen die gesätt. Kalomelelektrode) wird ein 4-Stufenpolarogramm erhalten: Bei 0 V beginnt die Eisenstufe, ihr folgt eine kleine Antimonstufe ($E_{1/2}$ = —0,15 V), dann die Bleistufe ($E_{1/2}$ = —0,44 V) und schließlich wiederum eine kleine Arsenstufe bei $E_{1/2}$ = —0,64 V. Bei Auswertung mit Eichpolarogrammen und Berücksichtigung des Grundstroms werden im Vergleich zur chemischen Analyse nur wenig niedrigere Resultate erhalten, bei denen der Fehler nur bei sehr geringen Gehalten die übliche Höhe übersteigt. Auch für As und Sb werden ausreichend gute Resultate gewonnen, wenn nach den Angaben von J. J. LINGANE[4] ausgewertet wird. Zur Bestimmung des Zinkgehaltes wird am besten mit 0,1 m Salzsäure-Kaliumchloridlösung extrahiert und nach Auffüllen auf das zehnfache Volumen polarographiert. Zur Manganbestimmung wird das Zink mit Natriumcyanid maskiert: Eine 1%ige Erzlösung liefert in 1 m Natriumcyanidlösung die besten Polarogramme; es wird die Differenz des Diffusionsstroms vor und hinter dem Reduktionshalbstufenpotential für Mn^{2+} bei —1,35 V ausgewertet. K. CRUSE

Zur Bestimmung von Mikrogrammengen Fluor in Erzen, Schlacken, Stäuben, Pflanzenprodukten usw. verwenden G. V. L. N. MURTY, T. S. VISWANATHAN und V. RAMAKRISHNA[5] die übliche Dampfdestillation der Probe bei Gegenwart von

[1] Angew. Chem. **68**, 701—703 (1956). Univ. und Metallges., Frankfurt/M.

[2] FISCHER, J., und W. SCHMIDT: Z. Erzbergbau Metallhüttenwes. **8**, 529 (1955); **9**, 25, 284, 322, 434 (1956); vgl. diese Z. **151**, 126, 127 (1956); **154**, 192 (1957); **155**, 217, 222 (1957).

[3] J. Chim. physique Physico-Chim. biol. **54**, 251—257 (1957). Univ. Cairo (Ägpt.)

[4] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **15**, 583 (1943).

[5] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **16**, 213—215 (1957). Tata Iron & Steel Co., Ltd, Jamshedpur (Indien).

Schwefelsäure oder Phosphorsäure nach WILLARD-WINTER. Geringe Mengen Phosphat- oder Sulfationen, die bei der Destillation mitgerissen werden, stören die Fluortitration und müssen vorher als Silber- bzw. Bariumsalze gefällt werden. — *Arbeitsweise.* Zur Destillation dient die vom *British Medical Research Council*[1] beschriebene Apparatur (es wird jedoch ohne Glaswolle destilliert). Die Apparatur wird vor Gebrauch durch Dampfdestillation gereinigt, bis der Blindwert weniger als 0,05 ml 0,004 n Thoriumnitratlösung beträgt. Anschließend werden 2 g der Probe in den Destillationskolben eingebracht und mit dest. Wasser auf 25 ml verdünnt. Man gibt 40 ml Schwefelsäure oder Phosphorsäure zu und destilliert die Probelösung bei 135—140° C unter weiterer Zugabe der entsprechenden Säure. Das Destillat [je nach Fluormenge (50—375 μg) etwa 200—600 ml] wird in einer Vorlage aufgefangen, die 10 ml 0,1 n Natronlauge enthält. Man läßt zum Destillat zunächst 1%ige $AgNO_3$-Lösung zutropfen, bis keine Fällung mehr zu beobachten ist, filtriert, behandelt das Filtrat mit überschüssiger 0,1 n $Ba(OH)_2$-Lösung, filtriert erneut und füllt das neue Filtrat im Meßkolben zur Marke auf. (Es dürfen nur Filterpapiere verwendet werden, die bei der Herstellung nicht mit Kieselfluorwasserstoffsäure gewaschen wurden.) Ein aliquoter Teil der erhaltenen Lösung wird in bekannter Weise mit 0,004 n Thoriumnitratlösung unter Verwendung von Alizarin oder Solochromblau als Indicator titriert. Zur Neutralisation der alkalischen Filtrate vor dem Pufferzusatz soll jedoch 0,2 n Chloressigsäure an Stelle von 1,0 n Perchlorsäure verwendet werden. Nach den mitgeteilten Analysenzahlen betragen die Fehler der Methode bei der Bestimmung von 50—375 μg F 0 bis etwa $\pm$ 10% (relativ).

K. MACHNER

Die Bestimmung von kleinen Mengen Nickel, Kobalt und Kupfer durch Aktivierungsanalyse in Gesteinen, marinen Sedimenten und Meteoriten beschreiben A. A. SMALES, D. MAPPER und A. J. WOOD[2]. Sie bestrahlen dazu die Probe 15 Std mit thermischen Neutronen (Fluß 10^{12} Neutronen/cm² sec), lösen die Probe in Salzsäure (Gesteine in einem Gemisch von Salzsäure, Salpetersäure, Perchlorsäure und etwas Flußsäure) und fällen nach Zusatz von Träger-Ni als Ni-Dimethylglyoxim, Cu als Cu-Thionalid und Co als α-Nitrosonaphthol-Verbindung. Zur Bestimmung werden folgende Radionuklide benutzt: ^{60}Co ($T_{1/2}$ 5,2 Jahre; E_β- 0,32 MeV; E_γ 1,17 u. 1,33 MeV); ^{65}Ni ($T_{1/2}$ 2,56 Std; E_β- 2,1 MeV; E_γ 1,5 MeV) und ^{64}Cu ($T_{1/2}$ 12,8 Std; E_{β^+} 0,66 MeV; E_β- 0,57 MeV; E_γ 1,34 MeV). Die Aktivität wird mit einem Fensterzählrohr gemessen. Die erhaltenen Niederschläge werden gelöst, radiochemisch gereinigt und die Elemente zur Präparatherstellung als Ni-dimethylglyoxim-, Cu-rhodanid- bzw. Co-hexanitrit-Komplex gefällt. Zur quantitativen Bestimmung wird die Aktivität eines gleichzeitig bestrahlten Standards zur Eichung benutzt. Es können mit der beschriebenen Methode noch 10^{-7} g Ni, 10^{-8} g Cu und 10^{-10} g Co nachgewiesen werden. Genaue Arbeitsbeschreibung und Beleganalysen sind im Original enthalten.

H. MÜNZEL

Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium bei niedrigem Mg-Gehalt. Nach K. IZÁKOVÁ[3] setzt man in Ca-reichen Proben *(Kalkstein, gebranntem oder gelöschtem Kalk)* die zur Ca-Titration notwendigen Menge Natronlauge in 2 Teilen zu, um das Ausfallen von Hydroxydniederschlag zu vermeiden. Bei der Summenbestimmung Ca + Mg gibt man an Stelle von Pufferlösung nur Ammoniak zu, wenn die Lösung bereits Ammoniumsalz enthält. — *Ausführung.* Man löst 1 g Kalkstein (0,5 g gebrannten oder gelöschten Kalk) in 10 ml Salzsäure

[1] Med. Research Council (Brit.), Mem. Nr. 22, 120 (1949).

[2] Analyst 82, 75—88 (1957). A. E. R. E., Harwell, Didcot, Berks. (England).

[3] Chem. Zvesti 10, 636—641 (1956) [Slowakisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.). Chem. Inst., Akad. Wiss. Bratislava (ČSR).

(1 : 1), scheidet in üblicher Weise Kieselsäure ab, fällt hierauf die Sesquioxyde mit Ammoniak (wenig Methylrot als Indicator), wäscht den Niederschlag mit 1%iger NH_4NO_3-Lösung und füllt das Filtrat auf 500 ml auf. Zur Ca-Bestimmung versetzt man 50 ml der Lösung mit einer Menge 20%iger Natronlauge, die noch keinen bleibenden Niederschlag erzeugt, gibt mehr als die Hälfte der zur Ca-Bindung erforderlichen Menge 0,05 m ÄDTA-Lösung zu, dann weitere Natronlauge bis p_H 12 erreicht ist (Indicatorpapier) und titriert nach Zusatz von Murexidindicator mit 0,05 m ÄDTA-Lösung bis zum Farbumschlag von Rot nach Blauviolett. Als Vergleichslösung dient eine austitrierte Lösung von einem vorhergehenden Versuch. Zur Summenbestimmung (Ca + Mg) verdünnt man 50 ml der R_2O_3-freien Lösung auf 150 ml, gibt 5—6 ml Ammoniaklösung (1 : 1) zu, um ungefähr p_H 10 zu erreichen, und titriert mit 0,05 m ÄDTA-Lösung gegen Eriochromschwarz als Indicator. Wenn nur wenig Magnesium zugegen ist, fügt man der zu titrierenden Lösung etwa 2 ml 0,05 m $MgCl_2$-Lösung zur Verbesserung des Farbumschlags zu.

A. Kurtenacker

Zur Bestimmung kleiner Mengen Zinn in Wolframsäure und Wolframkonzentraten reichern Z. Řezáč und M. Roubal[1] das Zinn durch Adsorption an einer Säule an, die mit Salzsäure gereinigtes Silicagel (Korngröße 0,2—0,4 mm, Höhe der Säule 100 mm, 10 mm ⌀) enthält. Um das Zinn (1 mg Sn/100 ml) quantitativ auf der Säule zurückzuhalten, setzt man der Lösung $(NH_4)_2SO_4$ als Elektrolyt zu; der p_H-Wert der Lösung soll im Bereich 6—10 liegen, die Fließgeschwindigkeit der Lösung kann bis zu 20 ml/min betragen. Anwesendes Blei wird mit Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) in Lösung gehalten. Die Trennung des Zinns von Wolfram ist noch bei einem Verhältnis Sn:W = 1:10000 quantitativ. — *Ausführung. Zinnbestimmung in Wolframsäure.* Man löst 5 g Probe in 40 ml 1 n Natronlauge in der Wärme, schließt den ausgewaschenen und geglühten unlöslichen Rückstand mit 1 g Natriumhydroxyd auf, laugt die Schmelze mit heißem Wasser aus, filtriert und vereinigt das neue mit dem ersten Filtrat. Nach dem Versetzen mit 10 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung neutralisiert man mit verdünnter Schwefelsäure gegen Methylrot, verdünnt auf 200 ml, setzt $(NH_4)_2SO_4$ bis zur Konzentration 0,2 m zu, bringt mit Ammoniak auf p_H 9 (Indicatorpapier) und läßt die Lösung mit der Geschwindigkeit 5 ml/min durch die Silicagelsäule fließen. Man wäscht mit 200 ml Wasser nach, eluiert das Zinn dann mit 6 ml konz. Salzsäure und 70 ml Wasser in einen 100 ml-Meßkolben, der 21 g Ammoniumchlorid enthält, setzt 1 ml 0,25%ige Gelatinelösung zu, ergänzt mit Wasser zur Marke und polarographiert von —0,2 bis 0,8 V. Zur Auswertung dient die 2. Stufe, die der Reduktion $Sn^{2+} \rightarrow Sn°$ entspricht. — *Bestimmung in Wolframkonzentraten.* Man schließt 0,5 g Probe mit 5 g Natriumperoxyd im Eisentiegel auf (nicht im Nickeltiegel, weil dieser das Zinn zum großen Teil oder ganz zurückhält). Die Schmelze wird mit Wasser ausgelaugt, man setzt einige Tropfen 3%iges Wasserstoffperoxyd zu, kocht auf, filtriert, wäscht mit 1%iger Natronlauge, neutralisiert mit verd. Schwefelsäure gegen Methylrot und verfährt weiter wie oben. — Die Analysenergebnisse stimmen mit den nach bekannten Vergleichsmethoden erhaltenen Zahlen gut überein. A. Kurtenacker

Zur Wasserbestimmung in rauchender Salpetersäure geben T. B. Hoover und A. W. Hutchison[2] eine *konduktometrische Methode* an. Man bringt 1—5 g (je nach Wassergehalt) der zu untersuchenden Salpetersäure in eine Leitfähigkeitszelle, die

[1] Chem. Listy **51**, 884—889 (1957). Verein f. chem. u. metallurg. Produktion, Ústí nad Labem (Außig a. d. Elbe) (ČSR).

[2] Analyt. Chemistry **29**, 518—522 (1957). Appl. Science Labs., Inc., State College, Pa., u. State Univ., University Park, Pa. (USA).

1—2 ml rauchende Schwefelsäure in 100 ml Eisessig gelöst enthält, und titriert mit einer eingestellten Lösung von Essigsäureanhydrid in Eisessig. Schwefelsäure katalysiert die Reaktion zwischen Wasser und Essigsäureanhydrid in der Eisessiglösung. Der Äquivalenzpunkt wird an einem scharfen Knickpunkt in der graphischen Darstellung der erhaltenen Leitfähigkeitswerte gegen die zugesetzten Volumina der Maßlösung erkannt. Die Genauigkeit der Endpunktsbestimmung beträgt $\pm 0{,}1$ mg Wasser. Bei Salpetersäureproben, die weniger als 5% Wasser enthalten, beträgt die Standardabweichung für eine Einzelbestimmung etwa 4 mg. Distickstofftetroxydgehalte bis zu 4% stören nicht wesentlich. K. Brodersen

Zur photometrischen Bestimmung von Kupferspuren (0,1—40 ppm) in Papier und Produkten der Papierindustrie empfehlen L. G. Borchardt und J. P. Butler[1] auf Grund einer vergleichenden Untersuchung verschiedener Verfahren in erster Linie die Bestimmungsmethode mit *Bathocuproin(2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthrolin)*[2]. Die Verfahren mit den Reagenzien *Diäthylammonium-diäthyldithiocarbaminat bei Zusatz von ÄDTA*[3] *(Äthylendiamintetraessigsäure) und Zinkdibenzyl-dithiocarbaminat*[4] sind aber in bezug auf die Empfindlichkeit, Genauigkeit und Untersuchungsdauer ungefähr gleichwertig. Die trockene Veraschung von Papier bei Temperaturen unter 500°C ergibt weder im Platin- noch im Porzellantiegel reproduzierbare Cu-Werte, es wird daher nasse Veraschung verwendet. — *Ausführung.* 1 g der zu untersuchenden Probe (10 ml Pulpeflüssigkeit) wird im Kjeldahl-Kolben mit 20 ml Salpetersäure und 5 ml 72%iger Perchlorsäure und einem Alundumsiedestückchen bis zum Auftreten von Perchlorsäuredämpfen erhitzt. Nach dem Abkühlen setzt man 25 ml bidest. Wasser zu und kocht einige Minuten zur Vertreibung von Chloroxyden. Die verbleibende Lösung wird mit konz. Ammoniaklösung neutralisiert (Kongorotpapier) und mit 10 Tr. Ammoniaklösung im Überschuß versetzt. Man fügt dann im Schütteltrichter 2 ml 10%ige Hydroxylaminhydrochloridlösung und 1,0 ml 0,01m Bathocuproinlösung in 1-Hexanol (G. F. Smith Chemical Co.) zu, schüttelt 2 min, entfernt nach 5 min die wäßrige Phase und mißt die Hexanolphase bei 479 mμ gegen eine gleichartig behandelte Blindlösung. Das Beersche Gesetz ist im Bereich 0—30 μg Cu in 16 ml Hexanol erfüllt. Auf Kupferfreiheit der verwendeten Chemikalien muß geachtet werden. Es empfiehlt sich, die zur Anwendung kommenden Lösungen der Chemikalien mit 0,01 m Bathocuproinlösung in 1-Hexanol durch Extraktion kupferfrei zu machen. H. Zimmer

Zur Identifizierung von Nylon und verwandten Polymeren durch Papierchromatographie haben M. Clasper, J. Haslam und E. F. Mooney[5] ein Verfahren ausgearbeitet, welches auf den Erfahrungen von H. Zahn und H. Wolf[6], H. Zahn und B. Wollemann[7] und F. Stühlen und H. Horn[8] aufbaut. Die wichtigste Neuerung besteht darin, daß von den beiden von jedem Hydrolysat hergestellten

---

[1] Analyt. Chemistry **29**, 414—419 (1957). Inst. Paper Chem., Appleton, Wis.

[2] Smith, G. F., und D. H. Wilkins: Analyt. Chemistry **25**, 510 (1953); vgl. diese Z. **142**, 374 (1954).

[3] Cluley, H. J.: Analyst **79**, 561 (1954); vgl. diese Z. **148**, 39 (1955/56).

[4] Abbott, D. C., und R. D. A. Polhill: Analyst **79**, 547 (1954); vgl. diese Z. **148**, 45 (1955/56).

[5] Analyst **82**, 101—107 (1957). Imp. Chem. Industries Ltd., Welwyn Garden City, Herts. (England).

[6] Melliand Textilber. **32**, 317 (1951).

[7] Melliand Textilber. **32**, 927 (1951).

[8] Kunststoffe **46**, 63 (1956).

Chromatogrammen das eine wie bekannt mit Ninhydrin, das andere mit einem Methylrot-Boratpuffer-Reagens besprüht wird. — *Arbeitsweise.* 25 mg Polymerisat werden mit 0,5 ml Salzsäure (1 : 1) in ein 6 mm weites und 100 mm langes Glasröhrchen eingeschmolzen und über Nacht in einen 120° C warmen Trockenschrank gestellt. Sofort nach dem Herausnehmen aus dem Schrank sowie nach dem Abkühlen beobachtet man den Inhalt des Röhrchens (klare oder unvollständige Auflösung, Kristallbildung) und prüft nach dem Öffnen den Geruch. Das Hydrolysat spült man mit 1—2 ml Wasser in ein 10 ml-Becherglas über, dampft zur Vertreibung der Salzsäure ein- oder zweimal mit Wasser ab, trocknet 15—20 min bei 105° C und löst in 1 ml Äthanol. Von dieser Lösung bringt man an zwei Stellen je 3—5 μl auf die Startlinie eines Chromatographiepapiers (Whatman Nr. 1) und entwickelt aufsteigend etwa 7 Std mit dem Lösungsmittelgemisch aus n-Propanol-Ammoniak (D. 0,88)-Wasser (6 : 3 : 1). Nach dem Trocknen an der Luft trocknet man noch 15 min bei 105° C, betrachtet das Papier im ultravioletten Licht (Aufleuchten der Flecken von Aminen und Adipin-, Sebacin- und 5-Aminocapronsäure) und schneidet die beiden Chromatogramme auseinander. Das eine besprüht man mit Ninhydrinreagens (0,3 g Ninhydrin gelöst in 95 ml n-Butanol und 5 ml 2 n-Essigsäure) und trocknet es zuerst an der Luft, dann 5 min bei 105° C. Das andere besprüht man mit Methylrot-Boratpuffer-Reagens (0,03 g Methylrotindicator gelöst in 100 ml einer Pufferlösung von p_H 8,0, welche im Liter 12,368 g Borsäure, 14,912 g Kaliumchlorid und 35,0 ml 1 n Natronlauge enthält), trocknet es durch Abdrücken zwischen Filtrierpapier und beobachtet nach 10 und 20 min die Lage und Farbe der entstehenden Flecken. — Das Original enthält 2 Abbildungen von charakteristischen Chromatogrammen sowie eine tabellarische Zusammenstellung der bei verschiedenen Nylontypen im Hydrolysat und auf den Chromatogrammen zu beobachtenden Erscheinungen, deren Vergleich eine sichere Erkennung des zu prüfenden Materials ermöglicht.

F. Neumann

Bestimmung des Stärkegehaltes. J. Holló und J. Szejtli[1] haben die amperometrische Titration zur Bestimmung von Stärke herangezogen und mit dieser Methode die Sorption von Jod an Stärke sowie Alterungs-, Laugen- und Temperatureinflüsse auf die Sorption eingehend untersucht. — *Arbeitsweise.* Titriert wird in der Apparatur nach L. Coton, L. H. Lampitt und C. H. F. Fuller[2] mit 0,01 n Jodlösung an Platinelektroden, an denen eine Spannung von 20—40 mV angelegt ist. 25—30 mg Stärke, etwa 5 mg Amylose entsprechend, werden in 20 ml Wasser eingestreut, nach Zusatz von weiteren 20 ml heißem Wasser wird 10 min zum Sieden erhitzt, abgekühlt, mit 5 ml 1 n Salzsäure versetzt und auf 50 ml aufgefüllt. In der zugedeckten und temperierten Zelle wird dann mit 0,01 n Jodlösung in Zugaben von 0,2 ml je Minute amperometriert. Die ermittelte Jodsorption ist dem Amylose- bzw. Stärkegehalt linear proportional und liefert den Stärkegehalt, selbst wenn auf die Analyse reiner Stärke bezogen wird. Bei Auswertung des Amperogramms muß nach einer früheren Mitteilung[3] berücksichtigt werden, daß der Stromanstieg auch eine Jodadsorption anzeigt. Die Analysenfehler liegen für Kartoffel- und Weizenstärke bei $\pm 1\%$, reduzierende Kohlenhydrate oder Dextrin beeinflussen das Ergebnis nicht. Sind Oxydationsmittel zugegen, so muß das durch Amylose gebundene Jod durch Rücktitration mit Thiosulfat bestimmt werden. Der wesentliche Mangel der Methode liegt in der Gleichstellung von Amylose- und Stärkegehalt, die nicht immer gegeben ist. Amylosefreie Stärkeabarten können daher nicht analysiert werden.

K. Cruse

---

[1] Fette u. Seifen **59**, 94—98 (1957). Techn. Univ., Budapest (Ungarn).

[2] J. Sci. Food Agric. **6**, 660 (1955).

[3] Holló, J., u. J. Szejtli: Stärke **8**, 123 (1956); vgl. diese Z. **157**, 382 (1957).

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Eine Methode zur Bestimmung von Methionin in pharmazeutischen Präparaten geben B. Gauthier und L. le Dreff[1] an. Es handelt sich um eine Modifikation der Methode von W. M. H. Houff und R. D. Schuetz[2]. — *Ausführung.* Von Lösungen pipettiert man genau so viel, wie 0,100—0,150 g Methionin entspricht in 25 ml Eisessig, von Kompretten und Granula löst man eine entsprechende Menge in 10 ml Wasser und versetzt sie mit 25 ml Eisessig. Nach Zugabe von 3 ml Salzsäure (D 1,17) titriert man langsam mit 0,1 n Kaliumbromatlösung (2,783 g Kaliumbromat + 20 g Kaliumbromid auf 1 l Wasser), bis eine schwach gelbe Färbung bestehen bleibt. 1 ml der 0,1 n Lösung entspricht 0,00746 g Methionin, 0,00956 g N-Acetylmethionin und 0,01152 g N-Acetylmethionincalcium. Der Fehler schwankt zwischen + 2,2 und — 0,41%.

Je eine Methode zur bromatometrischen Bestimmung von Methionin und von Cystin geben G. Vastagh und E. Varga[3] an. Da die Methoden für die Untersuchung von *Tabletten* ausgearbeitet sind, mußten Störungen, die durch Stärke oder Milchzucker bedingt sein könnten, ausgeschaltet werden. So dürfen die Lösungen nicht mit Lauge angesetzt werden, da Stärke unter diesen Bedingungen Brom verbrauchende Verbindungen liefert. Bei der Methioninbestimmung ist die zugesetzte Menge von Kaliumbromid von Einfluß. Die optimalen Versuchsbedingungen werden ermittelt. Bei reinen Testsubstanzen liegt der Fehler bei Methionin zwischen —0,78 und 0,50% und bei Cystin zwischen —0,32 und —1,32%. — *Ausführung.* Die gut pulverisierten Tabletten werden in einem geeigneten Meßkolben eingewogen und in Wasser gelöst. Es wird zur Marke aufgefüllt und nach Mischen vom Ungelösten abfiltriert. — *Methionin.* Einen aliquoten Filtratteil pipettiert man in einen 250 ml-Bromierungskolben, setzt 10 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung und 0,40 g Kaliumbromid zu, fügt soviel Wasser hinzu, daß das Gesamtvolumen nach Ansäuern 50 ml beträgt, säuert mit 15 ml 10%iger Salzsäure an und läßt 10 min stehen. Nach Kaliumjodidzusatz titriert man mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung zurück. 1 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung entspricht 3,729 mg Methionin. — *Cystin.* Die abgemessene Filtratprobe (etwa 5 ml) wird mit 10 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung und 0,5 g Kaliumbromid versetzt und mit 10 ml 10%iger Salzsäure angesäuert. Nach 10 min setzt man 0,5 g Kaliumjodid zu und titriert mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung zurück. 1 ml 0,1 n Kaliumbromatlösung entspricht 2,402 mg Cystin.

E. Müller, Würzburg

Durch Magnesiumstearat verursachte Störungen bei der argentometrischen Titration von Sulfonamiden in Tabletten beseitigt M. Bèguin[4] durch Fällung mit Bariumsalz. Man wägt eine gewogene, etwa 1 g Sulfonamid enthaltende Menge des feingepulverten Analysenmaterials in einen 100 ml-Meßkolben, versetzt mit 10 ml verdünntem Ammoniak und 40 ml Wasser und gibt eine heiße Lösung von 10 g Bariumnitrat in 45 ml Wasser zu. Dann läßt man abkühlen und füllt den Kolben mit Wasser bis zur Marke auf. 25 ml des Filtrates gibt man in einem zweiten Kolben zu 15 ml 0,1 n Silbernitratlösung und 25 ml Wasser und führt die Titration nach 2e Supplément de la Ph. H. V durch. Verf. beschreibt die Bestimmung von *Sulfadimidin*, *Sulfathiazol* und *Phthalylsulfathiazol*. Die Fehler liegen zwischen 0 und ± 0,3%.

K. Söllner

[1] Ann. pharmac. franç. **14**, 532—537 (1956).

[2] Analyt. Chemistry **25**, 1258 (1953); vgl. diese Z. **144**, 435 (1955).

[3] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **96**, 99—102 (1957). Inst. Hygiene, Budapest (Ungarn).

[4] Pharmac. Acta Helvetiae **32**, 13—34 (1957). Univ. Genf.

Spurenbestimmung von Chlorvinyl-äthyl-keton in Carbinol durch IR-Differentialanalyse. W. H. WASHBURN und F. A. SCHESKE[1] beschreiben die Anwendung der üblichen IR-Differentialanalyse auf die Bestimmung kleiner Beimengungen von Chorvinyl-äthyl-keton(I) in β-Chlorvinyl-äthinyl-äthyl-carbinol(II) (Schlafmittel; „Placidyl"). Gegenüber der einfachen IR-Analyse an der C=O-Bande 5,93 μ läßt sich die Empfindlichkeit nach dem Differentialverfahren erheblich steigern (von 1% auf 0,1%); die Reproduzierbarkeit ist an Testgemischen (0,1—1%, lineare Eichkurve) zu 0,01%, die Genauigkeit zu 0,02% gefunden. Dritte Partner, die beim vorliegenden Problem vorkommen können, ergeben nur Fehler $< 0{,}1\%$, obwohl das Verfahren an sich empfindlich gegen solche Störungen ist. Einen Hinweis auf ihre Anwesenheit gibt oft die Extinktionsdifferenz am Bandenfuß. — *Arbeitsweise.* Es wird das Doppelstrahlspektrometer (Perkin-Elmer, Modell 21) (Spaltbreite 0,165 mm) verwendet. Der Meßstrahl passiert 0,5 mm der 25%igen Chloroformlösung der Probe (I + II), der Vergleichsstrahl 0,5 mm einer entsprechenden Lösung des reinen Carbinols(II). Registriert wird das Intervall 5,6—6,1 μ (1,5 min), dann vertauscht man die Lösungen ohne Wechsel der Küvetten und registriert wieder den Bereich 5,6—6,1 μ. Ausgewertet wird an Hand einer Eichkurve. H. SPECKER

Die spektrophotometrische Bestimmung der Verunreinigungen von 4-Amino-6-hydroxyisophthalsäure (I) und m-Aminophenol (II) in PAS-Na ($\cdot$ 2 H_2O) führt K. A. BAKKER[2] nach folgendem Verfahren durch. Zur Ermittelung von I löst man 10 mg des zu untersuchenden PAS-Na in 250 ml 96%igem Äthanol und bestimmt die Extinktion der Lösung bei 239 mμ, da I bei dieser Wellenlänge ein ausgeprägtes Absorptionsmaximum besitzt. Die Auswertung erfolgt an Hand der (nicht linearen) Eichkurve, die gewonnen wird, indem man Gemische von 10,00—9,60 ml PAS-Na-Lösung mit 0—0,40 ml I-Lösung bei 239 mμ mißt. Jede der Lösungen enthält 10 mg Substanz (PAS-Na $\cdot$ 2 H_2O bzw. I) in 250 ml Äthanol. Für die Bestimmung von II löst man 2 mg der zu untersuchenden PAS-Na-Probe in 10 ml Wasser, mischt in einem 250 ml-Meßkolben mit 10 ml Wasser und 1 ml 4n Salzsäure, fügt 1 ml 2%ige $NaNO_2$-Lösung zu, verdünnt nach $1^1/_2$ min mit Wasser zur Marke und mißt die Extinktion bei 274 mμ. Vorhandenes I verursacht bei dieser Bestimmung nur eine 10mal kleinere Zunahme der Extinktion als die gleiche Menge II. Die Eichkurve wird unter den gleichen Bedingungen mit Lösungsgemischen von PAS-Na und II aufgestellt. — Man kann auf die angegebenen Arten noch 1% I oder 0,5% II in PAS-Na bestimmen. K. SÖLLNER

Zur photometrischen Bestimmung von p-Aminobenzoesäure in Anwesenheit von Novocainhydrochlorid (Nv) versetzt man nach J. RICHTER[3] 2 ml der etwa 0,5% Nv enthaltenden Analysenlösung in einem kleinen Schütteltrichter mit 5 ml 5%iger $Na_2HPO_4 \cdot 2\,H_2O$-Lösung und schüttelt die Mischung je 30 sec mit 20 ml, dann mit 10 ml Chloroform aus. Nach 1 min langem Zentrifugieren der wäßrigen Phase entnimmt man dieser 5 ml, fügt ihr in einem 100 ml-Meßkolben 5 ml n Salzsäure und 5 ml frisch bereiteter 0,5%iger Natriumnitritlösung zu. Nach 2 min versetzt man mit 10 ml einer 0,1%igen Lösung von Thymol in 5%iger Natronlauge, füllt mit Wasser bis zur Marke auf und ermittelt nach weiteren 2 min die Extinktion der gelborange gefärbten Lösung in 10 mm Schichtdicke mit Filter S 47 im Pulfrich-Photometer gegen einen Blindansatz. Diese, mit 37 multipliziert, ergibt den Gehalt der Analysenprobe an PAB in Milligramm-Prozenten. In 0,5%igen Novocainlösungen sind 2,5 mg-% PAB erfaßbar. K. SÖLLNER

[1] Analyt. Chemistry **29**, 346—347 (1957). Abbott Labs., North Chicago, Ill. (USA).

[2] Pharmac. Weekbl. **92**, 205—213 (1957) [Holländisch]. Lab. v. Artsenijbereitkunde, Amsterdam (Holland).

[3] Arzneimittel-Forsch. **7**, 200—201 (1957). Inst. Arzneimittelprüf. Berlin.

Den papierchromatographischen Nachweis von Pyridoxin (I), Pyridoxamin (II), Nicotinsäure (III) und Nicotinsäureamid (IV) führen L. MAIWALD und H. MASKE[1] auf folgende Weise durch: Man entwickelt einige Papierchromatogramme (P-chr) des Analysenmateriales mit n-Butanol-Eisessig-Wasser (4 : 1 : 5) und trocknet diese an der Luft. 1. Ein P-chr besprüht man mit einer Mischung von 5 ml 0,5%iger Sulfanilsäurelösung in 1%iger Salzsäure und 0,15 ml 0,5%iger Natriumnitritlösung und anschließend mit einer 2%igen Lösung von p-Dimethylaminobenzaldehyd in 5%iger Salzsäure, bis das Papier gleichmäßig dunkelgelb gefärbt ist. Nach 5 min besprüht man mit konzentriertem Ammoniak, wobei der diffuse gelbe Farbton verschwindet und I und II noch in Mengen von 5 μg als braune Flecken erscheinen. Beide Substanzen unterscheiden sich durch ihre verschiedenen R_f-Werte. 2. Beim Besprühen eines zweiten P-chr mit 0,2%iger wäßriger Lösung von 1,2-naphthochinon-4-sulfonsaurem Natrium und 5 min später mit konz. Ammoniak bilden noch je 1 μg I und II leuchtend smaragdgrüne Flecken (verschiedene Aminosäuren färben sich mit dem gleichen Reagens blau, blaugrau oder graubraun). 3. Man besprüht ein drittes P-chr mit einer 1%igen Lösung von 4-Chlor-1,3-dinitrobenzol in Methanol und nach 10 min mit 3n Natronlauge. IV bildet eine weinrote, nach einigen Stunden verblassende Färbung, III gibt orangegelbe, I hellgelbe Flecken, deren Farbintensität beim Stehen zunimmt (Nachweisgrenze etwa 10 μg). II wird bei diesem Verfahren nicht angefärbt. K. SÖLLNER

Zur maßanalytischen Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid scheiden P. SPACU und G. TEODORESCU[2] die Verbindung als Reineckat ab, lösen den Niederschlag $[C_5H_4NCONH\text{-}NH_3]\,Cr(SCN)_4\,(NH_3)_2]$ in Aceton und titrieren mit $AgNO_3$-Lösung, wobei $Ag[Cr(SCN)_4(NH_3)_2]$ ausfällt. 1 ml 0,1n $AgNO_3$-Lösung entspricht 0,013711 g Isonicotinsäurehydrazid. — *Ausführung.* Man säuert 5—10 ml der zu prüfenden Lösung mit einem Gehalt von 0,025—0,05 g Isonicotinsäurehydrazid mit 3 Tr. verdünnter Schwefelsäure an, verdünnt mit Wasser auf 20 ml und läßt unter ständigem Rühren frisch hergestellte 2%ige REINECKE-Salzlösung bis zur vollständigen Fällung zutropfen. Für 0,05 g Hydrazid genügen 10 ml Fällungslösung. Der lila gefärbte kristalline Niederschlag wird in einem Filtertiegel gesammelt, 3—4mal mit 0,1%iger REINECKE-Salzlösung, dann 2mal mit 0,5 ml Wasser gewaschen und anschließend mit Aceton direkt vom Filter in einen 100 ml-Meßkolben gelöst. Man fügt eine gemessene überschüssige Menge (10—15 ml) 0,1n $AgNO_3$-Lösung zu, säuert mit einigen Tropfen verd. Salpetersäure an, füllt mit Wasser zur Marke auf und titriert in einem aliquoten Teil des Filtrates den Silberüberschuß mit 0,1n Ammoniumthiocyanatlösung unter Verwendung von Eisenalaun als Indicator zurück. A. KURTENACKER

Zur Bestimmung von Benactyzin (2-Diäthylaminoäthylbenzilat) werden von J. P. JEFFERIES und J. I. PHILLIPS[3] zwei Verfahren angegeben. Festes Benactyzinhydrochlorid wird mit Natronlauge hydrolysiert, das Hydrolyseprodukt (Diäthylaminoäthanol) im Wasserdampf abdestilliert und im Destillat maßanalytisch bestimmt. Die Bestimmung kleinerer Mengen (etwa 25—50 mg) Benactyzinhydrochlorid in Injektionslösungen oder Tabletten wird nach Extraktion störender Verbindungen UV-spektroskopisch durchgeführt. — *Arbeitsweise. Festes Benactyzinhydrochlorid.* Etwa 0,5 g der Probe werden in 20 ml Wasser gelöst, die Lösung

[1] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **306**, 143—144 (1956).

[2] Revista Chim. (Bucureşti) 8, 42—43 (1957) [Rumänisch]. Polytechn. Inst. Bukarest (Rumänien).

[3] J. Pharmacy Pharmacol. 8, 907—914 (1956). Glaxo Labs. Ltd., Greenford, Middlesex (England).

wird mit 20 ml 20%iger Natronlauge versetzt und der Wasserdampfdestillation unterworfen. Etwa 100 ml des Destillats werden in 5 ml 2%iger Borsäurelösung aufgefangen, mit 2—3 Tropfen Indicatorlösung versetzt (man löst 0,1 g Bromkresolgrün und 0,02 g Methylrot in 100 ml 95%igem Äthanol) und mit 0,05 n Salzsäure bis zum Farbumschlag des Indicators titriert. Eine Blindwertbestimmung wird durchgeführt. 1 ml 0,05 n Salzsäure entspricht 18,2 mg $C_{20}H_{25}O_3N \cdot HCl$. — *Zur Bestimmung in Injektionslösungen* wird ein aliquoter Teil der wäßrigen Lösung in einem Scheidetrichter (der Trichter muß unbedingt fettfrei sein) mit bidest. Wasser auf 10 ml verdünnt. Man fügt 10 ml 1 n Salzsäure hinzu und extrahiert die erhaltene Lösung mit 40 und 25 ml redest. Äther. Die vereinigten Ätherauszüge werden 2mal mit je 5 ml 0,5 n Salzsäure gewaschen und anschließend verworfen. Zu der wäßrigen Phase und den Waschwässern gibt man vorsichtig 1,4 g Natriumhydrogencarbonat (die Lösung soll nun gegen Lackmus alkalisch reagieren) und extrahiert unmittelbar danach mit 50, 30 und 15 ml Äther. Die vereinigten Ätherauszüge werden 2mal mit je 10 ml $NaHCO_3$-haltigem Wasser gewaschen. Man filtriert die ätherische Lösung über Baumwolle, verdampft das Lösungsmittel, löst den Rückstand in 100 ml kalter 0,1 n äthanolischer Salzsäure und mißt die Extinktion der erhaltenen Lösung unter Verwendung von 1 cm-Küvetten bei 258,5 mμ. Eine Blindwertbestimmung wird entsprechend durchgeführt [$E_{258,5\ m\mu}$ (1%, 1 cm) = 12,4]. — *Zur Bestimmung in Tabletten* werden etwa 30 Tabletten fein gepulvert und mit 50,0 ml 0,5 n Salzsäure versetzt. Man mischt gut durch, läßt das Gemisch 5 min stehen, schüttelt anschließend 10 min (Schüttelmaschine) und filtriert. 20,0 ml des Filtrats werden in einem Scheidetrichter erst mit 40 ml, dann mit 25 ml frischdestilliertem Äther extrahiert und wie oben beschrieben weiterbehandelt. Die Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten.

K. Machner

Zur Bestimmung von Gentisinsäure verwenden A. Jindra und Z. Šípal[1] die Methode von J. Löwenthal[2], die auf der Reduktion von Eisen(III) durch Gentisinsäure zu Eisen(II) beruht, dessen Menge mit o-Phenanthrolin photometrisch bestimmt wird. In Ermangelung von Phenanthrolin benutzen die Verff. das ähnlich, allerdings weniger empfindlich reagierende α,α'-Dipyridyl. Bei Messung mit dem Pulfrich-Photometer und Filter S 50 ergibt sich eine lineare Eichkurve im Bereich von 0 bis 60 μg/ml Gentisinsäure. Das Verfahren kann zur Untersuchung von Tabletten dienen. Bei Zusatzversuchen zu Stärke oder Zuckerarten wurden 97,6 bis 103,7% Gentisinsäure wiedergefunden. — *Ausführung.* Die gepulverten Tabletten werden mit Wasser oder, falls eine starke Säure oder Base zugegen ist, mit 1 n Acetatpuffer von p_H 3,1 extrahiert. 1 ml der erhaltenen Lösung, der 5 bis 50 μg Gentisinsäure enthalten soll, wird mit 0,1 ml 2,5%iger $FeCl_3$-Lösung, 0,1 ml 4%iger KF-Lösung und 1,0 ml 0,25%iger äthanolischer Dipyridyllösung versetzt. Nach 5 min wird mit Wasser auf 10 ml verdünnt und nach weiteren 15 min mißt man mit Filter S 50 gegen Wasser. Zur Aufstellung der Eichkurve dient eine wäßrige Lösung von umkristallisierter Gentisinsäure (100 mg in 250 ml Wasser).

A. Kurtenacker

Zur Identifizierung der Flavone und ihrer Abbauprodukte können nach R. Neu[3] Tüpfelreaktionen mit stabilen Diazoniumsalzen dienen. 28 Flavone wurden auf

[1] Československ. Farmac. **6**, 268—270 (1957) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Univ. Prag (ČSR).

[2] J. Lab. clin. Med. **38**, 916 (1951); vgl. diese Z. **137**, 78 (1952/53).

[3] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 196—214. Fa. Dr. Willmar Schwabe G.m.b.H., Karlsruhe. Vorläufige Mitteilung vgl. R. Neu und E. Neuhoff, Naturwissenschaften **44**, 10 (1957).

dem Papier mit 3 Diazoniumsalzen, nämlich mit diazotiertem 4-Amino-3.6-dimethoxy-4′-nitroazobenzol (Echtschwarzsalz K), diazotiertem 1-Amino-4-benzoylamino-2,5-diäthoxybenzol (Echtblausalz BB) und tetrazotiertem Di-o-anisidin (Echtblausalz B) umgesetzt. Es entstehen charakteristische Farbflecke, deren Erfassungsgrenze im Tageslicht bei 1 μg liegt und im UV vielfach noch geringer ist. Ferner ist es möglich, die bei der Alkalischmelze von Flavonen auftretenden Spaltprodukte, Phenole, Phenoläther, Oxybenzoesäuren und Methoxybenzoesäuren, mit Hilfe verschiedener stabiler Diazoniumsalze im Tüpfeltest zu analysieren. Eva Neuhaus

Über die polarographische und spektrographische Bestimmung von Citral Pseudojonon, α-Jonon, β-Jonon und dem C_{14}-Aldehyd berichten E. Knobloch, K. Hejno, Z. Arnold, K. Mňoučeк und Z. Bacík[1]. Die zahlreichen, von M. Černoch, J. Dokoupil und B. Chutný[2] auf den Polarogrammen festgestellten Maxima und Störungen können durch Zusatz kleiner Mengen Gelatine beseitigt werden. Die Bestimmung des C_{14}-Aldehyds erfolgt in einer Acetatpufferlösung (p_H 5), die 40% Äthanol enthält, die übrigen Stoffe werden in 0,06n Ammoniumchloridlösung mit 40% Äthanol und 0,1% Gelatine bestimmt. 1% β-Jonon kann noch neben 99% C_{14}-Aldehyd in Boratpuffer p_H 7,6 mit 50% Äthanol und einer Spur Gelatine erfaßt werden, Pseudojonon wird neben Citral und β-Jonon in 0,06n NH_4Cl-Lösung mit wenig Gelatine, β-Jonon neben α-Jonon in Borat- oder Brittonpufferlösung p_H 9 mit 40% Äthanol polarographisch bestimmt. Pseudojonon und β-Jonon lassen sich polarographisch nicht trennen. Die Bestimmung von Pseudojonon neben β-Jonon kann aber mit Hilfe der charakteristischen Bande bei 885 cm^{-1} im IR-Spektrum erfolgen. Von den Absorptionsbanden im IR-Spektrum eignen sich noch folgende für quantitative Bestimmungen: die Absorptionbande bei 828 cm^{-1} für die Bestimmung von α-Jonon neben β-Jonon, die Bande bei 980 cm^{-1} für die Bestimmung von β-Jonon neben dem C_{14}-Aldehyd, die Banden bei 720 und 1090 cm^{-1} für die Bestimmung von C_{14}-Aldehyd neben α- und β-Jonen, die Bande bei 850 cm^{-1} für die Citralbestimmung. Im UV-Licht besitzt der C_{14}-Aldehyd (in alkoholischer Lösung) ein Maximum bei 232 mμ, das sich stark von dem Maximum von β-Jonon (296 mμ) unterscheidet. Auch α-Jonon kann UV-spektrophotometrisch neben β-Jonon bestimmt werden. Z. Stejskal

4. Analyse von biologischem Material

Die flammenphotometrische Calciumbestimmung in biologischem Material (Serum), bei der vorher, wie bereits sehr oft in der Literatur beschrieben ist, das Calcium als Oxalat ausgefällt wird, überprüfen T. Y. Toribara, P. A. Dewey und H. Warner[3]. Wegen der Löslichkeit von Calciumoxalat treten dabei allerdings Verluste auf und außerdem zeigen die Verff., daß Lösungspartner wie Ammoniumsalze oder verschiedene Säuren das Ergebnis beeinflussen. Experimentell finden sie für ihr standardisiertes Verfahren (die genauen Einzelheiten sind dem Original zu entnehmen) einen Korrekturfaktor von 1,083, der an den Meßwerten anzubringen ist, um solche Fehlerquellen zu berücksichtigen. Die Verff. benutzen für ihre Arbeit ein Weichselbaum-Varney-Flammenphotometer, das mit einem RCA 1 P 21-Multiplier ausgestattet ist. Die Intensität wird bei 620 mμ gemessen.

F. Rosendahl

[1] Československ. Farmac. **6**, 241—249 (1957) [Tschechisch]. (Mit dtsch., engl. u. russ. Zus.fass.). Forsch.-Inst. Pharm. Biochem. Prag (ČSR).

[2] Chem. Listy **47**, 269 (1953).

[3] Analyt. Chemistry **29**, 540—543 (1957). Univ. Rochester, N. Y. (USA).

Eine nephelometrische Methode der Calcium- und Magnesiumbestimmung mit Natriumnaphthalhydroxamat beschreiben G. Beck und W. Berli[1]. Die Methode eignet sich besonders für *Calciumbestimmungen in Seren*, weil die Proteine als Schutzkolloide wirken. Die Erfassungsgrenze für Magnesium liegt bei 5 mg/Liter, die für Calcium bei 0,1 mg/Liter. Magnesium bildet bei der üblichen Verdünnung des Serums keinen Niederschlag mehr, stört also nicht. Das Magnesiumsalz ist ein hellgelber, flockiger Niederschlag, das Calciumsalz stellt einen mikrokristallinen, ziegelroten Niederschlag dar. — *Calciumbestimmung.* Zu 0,5 ml Serum gibt man 4,5 ml 0,9%iger Natriumnaphthalhydroxamatlösung (die Serumproteine werden dabei auf 0,6—0,7% verdünnt) und 1 ml 2%iger Na-Naphthalhydroxamatlösung. Man colorimetriert nach 3 min gegen eine Lösung aus 5 ml dest. Wasser und 2 ml Reagens bei 610 mμ. K. Brodersen

Bei der Bestimmung von Quecksilberspuren in biologischem Material entstehen leicht Hg-Verluste durch Verflüchtigung während der Zerstörung der organischen Substanz. Nach F. J. Roth[2] vermeidet man dies, wenn man auf den Aufschlußkolben (500 ml) einen 60 cm langen 10-Kugel-Allihn-Kühler mittels Schliff aufsetzt und nur so schwach erwärmt, daß die Dämpfe höchstens bis in die Mitte des Kühlers steigen. — *Arbeitsweise.* 2—10 g Einwaage übergießt man mit 20 ml konz. Salpetersäure, setzt den Kühler auf und läßt durch ihn 20 ml einer Mischung von konz. Schwefelsäure und rauchender Salpetersäure (1 : 1 Vol.) in den Aufschlußkolben tropfen. Läßt die Reaktion nach, so erwärmt man erst wenig, dann allmählich stärker (Heizquelle 15 Watt-Glühlampe), bis der Aufschluß beendet ist (gewöhnlich 2—3 Std). Nach dem Abkühlen fügt man 100 ml Wasser durch den Kühler hinzu und wäscht diesen mit 100 ml 70—80° C warmer verdünnter Salpetersäure (1 : 9) durch. Öl, Wachs oder Kieselsäure filtriert man ab, verdünnt auf 300 ml, kocht während 2—3 min die Hauptmenge der Stickoxyde aus, fügt gesättigte Kaliumpermanganatlösung im Überschuß zu, kühlt auf 30—40° C ab, entfärbt mit 10%iger Hydroxylammoniumchloridlösung und gibt 3 ml davon im Überschuß hinzu. Sodann kühlt man, macht mit Ammoniak alkalisch, neutralisiert mit Salpetersäure (1 : 1) und fügt davon 1 ml je 100 ml Lösung im Überschuß zu. Von hier ab arbeitet man nach der AOAC-Vorschrift[3] weiter. Als Titriergefäße benutzt man zweckmäßigerweise birnenförmige Scheidetrichter, bei welchen der Hahn durch ein etwa 3 cm langes, 1 cm weites und unten flach zugeschmolzenes Glasrohr ersetzt ist. Man fügt soviel Dithizonlösung in Chloroform hinzu, bis sie beim Schütteln eine Mischfarbe zwischen grün und orange annimmt, füllt in ein zweites Titriergefäß ebensoviel Dithizonlösung hinein und titriert diese mit Standard-Hg-Lösung (1 μg Hg/ml) auf den Farbton der Analysenlösung. Bei der Auswertung ist der Blindwert der Reagentien zu berücksichtigen. F. Neumann

Zur Quecksilberbestimmung in Urin modifizieren V. L. Miller und F. Swanberg jr.[4] das Verfahren von D. Polley und V. L. Miller[5]. — *Ausführung.* Je nach dem vermuteten Hg-Gehalt wendet man bis zu 100 ml Urin an, fügt (je 100 ml) 10 ml Katalysatormischung (6n Salzsäure mit 1 g $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ + 2 g Chromkaliumsulfat in 100 ml) und 11—12 ml 50%iges Wasserstoffperoxyd hinzu und erwärmt auf einem Dampfbad unter Rückflußkühlung. Wenn die Lösung blaßgrün

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 24—29. Univ. Bern.

[2] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 302—305 (1957). State Depm. Agric., Sacramento, Calif. (USA).

[3] Official and Tentative Methods of Analysis of the A.O.A.C., 6th. Ed., p. 471 (1945).

[4] Analyt. Chemistry **29**, 391—393 (1957). State Coll. Puyallup, Wash. (USA).

[5] Analyt. Chemistry **27**, 1162 (1955); vgl. diese Z. **151**, 61 (1956).

geworden ist und das Aufhören der Entwicklung kleiner Bläschen den Verbrauch des Wasserstoffperoxyds anzeigt, erwärmt man noch 30 min weiter. Sicherheitshalber prüft man einen Tropfen der Aufschlußlösung mit Titanschwefelsäure, ob auch wirklich alles Peroxyd zersetzt ist. Falls Silber oder Wismut zugegen ist, filtriert man die Lösung, anderenfalls versetzt man sie sofort mit 1 ml Eisessig, fügt Ammoniak bis zu einem p_H-Wert von 3,0—3,5 und 1 ml Ditolylquecksilberlösung (10 mg in 100 ml absol. Alkohol) hinzu, schüttelt kräftig durch, gibt 1 min später 10 ml Chloroform nach und schüttelt 1 min. (Emulsionsbildung durch schwerlösliche Eisenverbindungen verhindert man durch Zusatz von 1 g Citronensäure vor der Einstellung des p_H-Wertes.) Die Chloroformschicht trennt man ab und schüttelt sie $^1/_2$ min mit 25 ml 0,3n Essigsäure und 1 ml Dithizonlösung in Chloroform (~ 3 mg/100 ml). Zuletzt mißt man von dem auf genau 10 ml gebrachten Chloroformextrakt die Absorption bei 620 mμ. Auf gleiche Weise stellt man sich mit bekannten Hg-Mengen zwischen 0 und 8 μg eine Eichkurve her. F. Neumann

Über eine direkte Bestimmungsmethode von ^{14}C und ^{35}S in Blut berichten W. W. Burr jr. und D. S. Wiggans[1]. Die Verff. bestimmen zunächst die Aktivität der Blutprobe, indem sie diese in einer porösen Unterlage, wie z. B. Papier, aufsaugen und dann mit einem Geiger-Müller-Zählrohr messen. Die Ermittlung des tatsächlichen Gehaltes an ^{14}C erfolgt an Hand einer Eichkurve. Zu deren Herstellung wird eine gemessene Menge Blut oxydiert, das gebildete CO_2 in Lauge aufgefangen, als $BaCO_3$ gefällt und dessen Aktivität bestimmt. Wie die Verff. zeigen, ist auch eine Bestimmung von ^{14}C und ^{35}S nebeneinander in derselben Probe möglich, wenn man die Abnahme der Aktivität nach 40 Tagen bestimmt, da die Abnahme fast ausschließlich vom Zerfall von ^{35}S herrührt. — *Bestimmung des ^{14}C-Gehaltes.* 2 Tropfen der verdünnten Blutlösung werden auf eine gewogene Scheibe von Filterpapier aufgebracht, getrocknet und wieder gewogen. Die Gewichtszunahme soll etwa 6 mg betragen. Hierauf wird die Aktivität der Probe gemessen. Zur Herstellung der Eichkurve wird dieselbe Menge Blut entweder durch nasse Verbrennung nach D. D. van Slyke und J. Folch[2] oder durch trockene Verbrennung in CO_2 übergeführt; letzteres wird in Lauge absorbiert, als $BaCO_3$ gefällt und dessen Aktivität gemessen. Die Aktivitätsmessung wird auf unendliche Schichtdicke extrapoliert, indem man die Selbstabsorption berücksichtigt. *Bestimmung des ^{14}C- und ^{35}S-Gehaltes.* Es wird die Aktivität der Probe zur Zeit T_1 (Y_{T_1}) und 40 Tage später zur Zeit T_2 (Y_{T_2}) bestimmt. Y_{T_1} stellt die Summe der Einzelaktivitäten $y_S + y_C$ vor. Y_{T_2} entspricht $k \cdot y_S + y_C$, so daß daraus die Einzelaktivitäten berechenbar sind. G. Kainz

Der sichere Nachweis von Pyrophosphat im Knochengewebe gelingt nach P. Cartier[3] auf folgende Art: Ein Trichloressigsäureextrakt von getrocknetem Knochenpulver wird über eine Säule mit dem Anionenaustauscher Deacidit in der Chloridform (Siebfraktion 120/200) gegeben, wobei alle Phosphate adsorbiert werden. Durch Elution mit 0,02n Salzsäure werden die Orthophosphate entfernt. Eluiert man dann mit 0,1n Salzsäure, so ist diese Fraktion frei von Orthophosphat. Die Anwesenheit von Pyrophosphat ist aber durch das folgende Verhalten sichergestellt: 1. Durch 20minutiges Kochen in 1n Salzsäure erfolgt Totalhydrolyse zu Orthophosphat, und die Hydrolysenkurve deckt sich mit der einer Natriumpyrophosphatlösung. 2. Die Radioaktivität eines Eluats eines Knochenpulvers von Ratten, denen Radiophosphat injiziert worden ist, wird durch Fällung des Pyrophosphats als Mangansalz bei p_H 5,0 völlig aus der Lösung entfernt. 3. Das Eluat wird nach dem Konzentrieren einer papierelektrophoretischen und einer papierchromatographischen Trennung

[1] J. Lab. clin. Med. **48**, 907—911 (1956). Univ. Texas, Dallas, Tex. (USA).
[2] J. biol. Chemistry **136**, 509 (1940).
[3] C. R. Acad. Sci. **243**, 982—985 (1956).

unterworfen. Die Fließgeschwindigkeit bzw. der R_f-Wert stimmen mit den mit Pyrophosphat erhaltenen Werten überein. 4. Das Eluat enthält keine hydrolysierbaren Adenosinphosphorsäure-Verbindungen, denn das UV-Absorptionsspektrum enthält nicht die für die Adenosinderivate charakteristische Bande bei 260 mμ. 5. Die Hefepyrophosphatase hydrolysiert spezifisch den Gesamtphosphor dieser Fraktion. Die Pyrophosphatmenge entspricht etwa 0,5% des Gesamtphosphatgehalts der Knochen. Die Bildung von Pyrophosphat wird durch die Spaltung von Adenosintriphosphorsäure zu Adenosinmonophosphorsäure und Pyrophosphorsäure erklärt, wobei die letztere im Knorpel fixiert wird; diese Phosphorylierung geht der Deponierung von Tricalciumphosphat voraus. W. Dewald

Über eine Methode zur Bestimmung von Carnosin und Anserin sowie von ihren Vorstufen *Histidin* und *N-Methylhistidin* in *tierischem Gewebe* berichtet C. L. Davey[1]. Man benutzt nach S. Moore und W. H. Stein[2] eine Säule von 50 cm Länge und 0,9 cm Durchmesser mit Dowex-50 (4% Vernetzung) zur Aufnahme von Muskelextrakten und eluiert bei 25° C mit 0,2 m Boratpuffer (p_H 8,0), der 0,03% Natriumdiäthyldithiocarbaminat (zur Schwermetallionenbeseitigung) und 0,181 n Natriumionen enthält. Bei 1 ml-Fraktionen erscheinen die Verbindungen dann in folgender Reihenfolge: In den Fraktionen (22—28: neutrale und saure Aminosäuren), 32—35: Histidin, 35—41: N-Methylhistidin, 49—53: Carnosin und 53—59: Anserin. (Eluiert man anschließend mit 0,22 m Sodalösung, die ebenfalls 0,03% Natriumdiäthyldithiocarbaminat enthält, so kann man noch Ornithin [86—92], Lysin [93—99] und Arginin [100—108] erhalten.) Die Bestimmung erfolgt mit der photometrischen Ninhydrinmethode von M. C. Goodall[3]. Die „weiße" Muskulatur enthält vorwiegend Anserin und wenig Carnosin, die „rote" meist wenig von beiden Dipeptiden. Im Herzmuskel fehlen beide. Histidin und N-Methylhistidin sind in den Muskelextrakten nicht nachweisbar. E. Müller, Würzburg

Dinitrophenylderivate von Aminoverbindungen und Phenolen lassen sich, wie H. Hörmann, J. Lamberts und G. Fries[4] berichten, gasmanometrisch bestimmen, wenn man die Nitrogruppen der DNP-Derivate in der Warburg-Apparatur katalytisch hydriert und die dabei aufgenommene Wasserstoffmenge mißt. Die beiden Nitrogruppen verbrauchen bei der Reduktion 6 Mol Wasserstoff. Der Substanzbedarf beträgt 0,1—0,6 mg, die erreichbare Genauigkeit $\pm$ 4%. Das Verfahren hat besonders für die Eiweißchemie Bedeutung. Um aus dem DNP-Anteil eines Peptides auf dessen Kettenlänge schließen zu können, muß man den Gesamtstickstoffgehalt kennen. Zu dessen Bestimmung wird das Hydrierprodukt nach Kjeldahl aufgeschlossen und das gebildete Ammoniak mit Nessler-Reagens bestimmt. Bei Stickstoffmengen zwischen 5 und 50 μg beträgt die Genauigkeit 3—4%. — *Hydrierung der DNP-Verbindungen.* Das Manometer der Warburg-Apparatur wird mit dest. Wasser, das mit Säurefuchsin angefärbt und mit etwas Netzmittel versetzt ist, gefüllt. Dann bringt man in das Ansatzkölbchen des Reaktionsgefäßes 0,1 bis 0,6 mg Probe, die in 0,1—0,4 ml Eisessig (genau gemessen) gelöst ist, ein. Das Hauptgefäß wird mit 1 ml Eisessig und 2 mg Katalysator (5% Palladiumoxyd auf Bariumsulfat) beschickt. Nach Ausspülen der Apparatur mit Wasserstoff und Aushydrieren des Katalysators (90 min) wird der rechte Manometerschenkel auf die

[1] Nature (London) **179**, 209—210 (1957). Univ. Cambridge und Dep. Sci. Ind. Res. (England).

[2] J. biol. Chemistry **192**, 663 (1951); **211**, 893 (1954); vgl. diese Z. **136**, 371 (1952); **151**, 73 (1956).

[3] Nature (London) **178**, 540 (1956).

[4] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **306**, 42—48 (1956). Max-Planck-Inst. f. Eiweiß- u. Lederforsch., Regensburg.

150 mm-Marke eingestellt und der dazu erforderliche Überdruck abgelesen. Dann vereinigt man die Probelösung durch Kippen mit dem Katalysator und hydriert die Probe etwa 30 min. Hierauf wird der Manometerschenkel erneut auf die 150 mm-Marke eingestellt und die vor und nach der Hydrierung abgelesene Druckdifferenz der Berechnung zugrunde gelegt. — *Colorimetrische Bestimmung des Gesamtstickstoffs.* Die Probe wird in einem gemessenen Volumen 0,2 n Schwefelsäure (statt in Eisessig) wie oben hydriert. Ein aliquoter Teil der hydrierten Lösung (0,1 ml), der etwa 5—50 μg Stickstoff enthalten soll, wird sodann in ein auf 10 ml geeichtes Reagensglas gebracht, das 0,1 ml Kjeldahl-Schwefelsäure mit 10% P_2O_5 und 1 bis 2 mg Selenreaktionsgemisch enthält. Man erhitzt, bis die Lösung klar wird. Nach dem Abkühlen setzt man 5 ml bidest. Wasser und 1 ml 20%ige Natronlauge zu, füllt mit Wasser zur 10 ml-Marke auf und gibt 0,5 ml Nessler-Winkler-Reagens (10 g rotes Quecksilber(II)-jodid + 8 g Kaliumjodid, gelöst in 100 ml 20%iger Natronlauge) hinzu. Man schüttelt um und photometriert nach 20—30 min bei 405 mμ. In gleicher Weise stellt man mit Ammoniumsulfat eine Eichkurve her.

G. Kainz

Zur elektrophoretischen Trennung der Serumproteine für präparative Zwecke verwendet Ju. A. Chavkin[1] Filterplatten „F" 300 mm (Leningrader Fabrik techn. Asbesterzeugnisse), die in 27—30 cm lange Streifen zerschnitten werden. Man taucht beide Enden des Streifens nacheinander in die Pufferlösung (0,1 Mol Borat- oder Veronalpuffer) und spritzt das Serum in die trockengebliebene Mitte des Streifens. Der Streifen wird auf eine paraffinierte Unterlage gelegt und die elektrophoretische Trennung in feuchter Luft (Aquarium) bei Zimmertemperatur mit der Stromstärke von 4—5 Milliamp. je Zentimeter Streifenbreite und der Spannung von 80 V 24 Std lang durchgeführt. Nach der Trennung werden von der oberen und unteren Seite Kontrollabdrücke genommen und mit 0,5%iger Bromphenolblaulösung in Methanol (mit $ZnCl_2$ gesättigt) gefärbt. Die Lage der Flecke oben und unten soll die gleiche sein. Dann wird zerschnitten und die einzelnen Fleckpartien werden abgepreßt. Die Globuline werden als leicht opalisierende 0,25- bis 0,3%ige, die Albumine als 0,5—0,6%ige klare gelbe Lösungen erhalten. Bei Verwendung von Boratpuffer ist die Trennung nicht vollständig, man muß daher $^1/_4$ des Albuminfleckes am Kathodenende verwerfen (Verunreinigung des Albuminfleckes mit α_1-Globulin). — Man kontrolliert die Präparate durch Elektrophorese auf chromatographischem Filtrierpapier (Nr. 1 u. 2) in Veronalpuffer bei p_H 8,6, 0,3 Milliamp., 120 V, 16 Std (die abgepreßten Lösungen werden vor dem Auftragen 4—5mal über $CaCl_2$ im Vakuumexsiccator konzentriert). Zur Verhütung der Absorption der Fraktionen wird empfohlen, das Papier mit Albumin zu tränken. Mit dem Verfahren werden elektrophoretisch homogene Präparate erhalten, die für die weitere chromatographische Trennung geeignet sind. A. v. Wilpert

Eine modifizierte Methode zur Bestimmung von Serum-Ac-globulin (aktiver Faktor V) geben J.-C. Kridelka und J. Schlag[2] an. Durch Adsorption von Prothrombin an tertiäres Calciumphosphat ist die Methode von A. G. Ware und W. H. Seegers[3] verbessert worden. — *Ausführung.* In einer Spritze, die 1 ml Heparin „Roche" (5000 Einheiten/ml) enthält, zieht man 9 ml Blut durch Venenpunktion auf. Das durch Zentrifugieren gewonnene Plasma versetzt man zur Defibrinierung mit Thrombin (5 Einheiten „Thrombase Roussel" Milliliter Plasma). Nach 20 min gibt man 30 mg tertiäres Calciumphosphat zum Serum und schüttelt 15 min. Zur Abtrennung des Calciumphosphates vom Serum wird 10 min bei

[1] Laborat. Delo **1957**, H. 1, 11–14 [Russisch]. Mediz. Molotow-Inst., Taschkent.
[2] Bull. Soc. Chim. biol. **38**, 259–264 (1956). Univ. Liège (Lüttich), Belgien.
[3] Amer. J. clin. Pathol. **19**, 471 (1949).

3000 U/min zentrifugiert. Das Serum versetzt man zur Bindung von Heparin mit 0,1 ml einer 1%igen Protaminsulfatlösung und stellt es in den Kühlschrank. Der gewaschene Zentrifugatrückstand wird mit 0,1 ml 0,2 m Natriumcitrat/Milliliter benutztem Serum digeriert und 5 min bei 3000 U/min zentrifugiert. Der Überstand enthält dann das Prothrombin des zur Untersuchung verwandten Plasmas. Diese Lösung wird wieder mit Fibrinogen versehen, indem man sie mit 9 Volumen einer 2,5‰igen Lösung von Rinderfibrinogen „Poviett" in Natriumdiäthylbarbiturat-Salzsäure-Puffer von p_H 7,4 versetzt. Das Serum wird mit physiologischer Kochsalzlösung in Proben absteigender Konzentration, etwa $^1/_1$ bis $^1/_8$ verdünnt. Man stellt nun Mischungen im Gesamtvolumen von etwa 0,7 ml her, die aus 1 Volumen verschieden verdünntem Serum und 2,5 Volumen der Prothrombin-Fibrinogenlösung bestehen und setzt sie in ein Wasserbad von 38° C. Man fügt schnell 0,6 ml einer Mischung hinzu, die aus 2 Volumen 0,025 m Calciumchlorid und 1 Volumen einer 1:4 Verdünnung von Thromboplastin „Roche" mit physiologischer Kochsalzlösung besteht und bestimmt die Koagulationszeit. E. Müller, Würzburg

Über die Trennung der Ovalbuminbestandteile durch Elektrophorese in Agar-Agar berichten J. Durieux und M. Kaminski[1]. Eine 1,5%ige Agar-Agar-Lösung in Veronalnatriumpuffer, p_H 8,2, mit einer Ionenstärke von 0,025 dient als Phoresemedium. In den Trögen ist der Puffer doppelt so konzentriert. Als Unterlage dienen 13×18 cm-Glasplatten. Die zu untersuchende Substanz wird in 3%iger, nicht gepufferter Lösung in Strichen aufgetragen. Man arbeitet mit 4,5 V/cm (etwa 35 mA/Platte) und läßt 6 Std laufen. Fixierung, Trocknung und Färben mit Amidoschwarz erfolgen nach J. Uriel und P. Grabar[2]. Nach Beendigung der Elektrophorese schneidet man das Agar-Agar senkrecht zur Laufrichtung in 20 Streifen von 3 mm, wobei man am Rand einen etwa 3 cm breiten Streifen beläßt, der nach Trocknen und Färben zur Lokalisierung der Fraktionen dient. Die korrespondierenden Streifen von 4 gleichen Platten (also 4 Stück) bringt man in ein Zentrifugenglas und eluiert über Nacht im Eisschrank mit 5 ml physiologischer Kochsalzlösung. Anschließend wird 30 min mit 15000 U/min zentrifugiert. Die Eluierung wiederholt man 2mal mit je 2 ml. Man erhält so etwa 7 ml Eluat von jedem Glas. Bei 2 verschiedenen Ovalbuminpräparaten wie bei frischem Eiereiweiß konnten die 3 bekannten Eiweißfraktionen A_1, A_2 und A_3 bestätigt werden. Die Fraktionen unterscheiden sich auch im P/N-Quotienten, weisen aber die gleiche immunologische Spezifität auf. Kristallisiertes Ovalbumin enthält relativ mehr A_1 als das frische Eiklar. E. Müller, Würzburg

Zur Zuckerbestimmung in Gegenwart von Protein und anderem biologischem Material haben M. R. Shetlar und Y. F. Masters[3] die *Reaktion von Thymol mit Kohlenhydraten* in Gegenwart von starker Schwefelsäure nach L. v. Udránssky[4] modifiziert. — *Ausführung.* Zu 1 ml der Zuckerlösung in einem Reagensglas mit Glasstopfen gibt man 7 ml 77%ige Schwefelsäure, läßt das Gemisch ohne umzuschütteln 10 min bei Zimmertemperatur stehen, bringt es dann 15 min in ein Eisbad und gibt 0,1 ml einer 10%igen äthanolischen Lösung von Thymol sowie 0,9 ml Wasser zu. Das Reagensglas schüttelt man um, beläßt es 20 min in einem siedenden Wasserbad, anschließend 5 min in einem Eisbad und läßt noch 25 min bei Zimmertemperatur stehen, ehe man die Färbung im Spektrophotometer mißt. Die Färbung folgt im Bereich von 10—100 μg dem Lambert-Beerschen Gesetz (im Beckman DU,

[1] Bull. Soc. Chim. biol. **38**, 1445—1456 (1956). Inst. Pasteur, Paris.

[2] Ann. Inst. Pasteur **90**, 427 (1956).

[3] Analyt. Chemistry **29**, 402—405 (1957). Vet. Administ. Hospital und Univ. Oklahoma City, Okla. (USA).

[4] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **12**, 355 (1888); vgl. diese Z. **28**, 130 (1889).

nicht jedoch im Coleman 14). — Bei Verwendung von Proben aus *Serumprotein* verdünnt man das menschliche Serum mit dem 5fachen Volumen einer 0,9%igen Kochsalzlösung, pipettiert 0,2 ml der Lösung in ein Reagensglas mit Glasstopfen, das 10 ml absol. Äthanol enthält, schüttelt um, spült Wände und Stopfen mit 5 ml Äthanol ab und zentrifugiert. Den Niederschlag wäscht man in 10 ml absol. Äthanol, zentrifugiert wieder, gießt den Alkohol ab, suspendiert den Niederschlag in 1 ml Wasser und verfährt weiter wie oben für Zuckerlösung beschrieben. Die Lage der Absorptionsmaxima ist bei den einzelnen Zuckern verschieden, sie liegen zwischen 491 und 513 mμ. Die Glykosidbindung hat keinen Einfluß auf die Reaktion, die Absorption von Disacchariden entspricht der ihrer Komponenten. Die Anwesenheit von Protein, wie im Serum, zeigt dagegen einen schwachen Einfluß auf die Absorptionskurve. Die Thymolmethode ist bei 22 Serumglykoproteinen angewandt, worden, die Ergebnisse stimmen mit denen der Tryptophanmethode nach M. R. Shetlar, J. V. Foster und M. R. Everett[1] überein. Eva Neuhaus

Über die Blutzuckerbestimmung mit Anthron berichten M. B. Handelsman, M. Sass und P. Glass[2]. Wenn man die Anthronmethode so ausführt, wie Verff. sie nach eingehenden vergleichenden Untersuchungen modifiziert haben, liegen die Werte im Maximum um 28 mg/100 ml Blut höher als die mit den Standardmethoden nach Hagedorn-Jensen und Somogyi-Nelson erhaltenen Werte. Auch bei hohen Blutzuckerwerten wird dies Maximum nicht überschritten. Der Durchschnitt liegt nur 20,3 mg/100 ml Blut höher. — *Ausführung.* 0,2 ml Gesamtblut gibt man in ein Zentrifugenglas, das 3,8 ml einer frisch bereiteten Lösung enthält, die aus 10 ml 10%iger Natriumwolframatlösung, 10 ml 0,67 n Schwefelsäure und 250 ml Wasser besteht. Nach Schütteln zentrifugiert man und verdünnt 1 Volumen Filtrat mit 1 Volumen Wasser. Je 2 ml davon gibt man in Reagensgläser und stellt sie in ein Eiswasserbad. Nach dem Abkühlen läßt man tropfenweise am Rand 4 ml einer täglich herzustellenden Lösung von 0,4 g Anthron in 100 ml 95%iger Schwefelsäure (die Lösung muß vor Gebrauch 3 Std stehen) zulaufen. Man mischt mit einem Glasstab, läßt Raumtemperatur annehmen und erhitzt 10 min im siedenden Wasserbad. Dann kühlt man in einem kalten Wasserbad und mißt die Extinktion bei 620 mμ. Bei Verwendung eines Spektrophotometers mit definierter Wellenlänge (kein Filter) ist die Extinktion eine lineare Funktion der Glucosekonzentration bis zu 150 μg. E. Müller, Würzburg

Eine Methode zur enzymatischen Bestimmung der D(+)-Glucose im Blut teilen G. Pfleiderer und L. Grein[3] mit. Das Verfahren beruht auf der Auswertung der Reaktionsfolgen: Glucose + ATP $\rightleftharpoons$ (Hexokinase (HK), Mg^{++}) $\rightleftharpoons$ G-6-P + ADP; Phosphoenolbrenztraubensäure (P-BTS) + ADP $\rightleftharpoons$ (Pyruvatkinase (PK), K^+, Mg^{++}) $\rightleftharpoons$ BTS + ATP; BTS + DPNH + H^+ $\rightleftharpoons$ (Milchsäuredehydrogenase) $\rightleftharpoons$ Milchsäure + DPN^+, wobei die Extinktionsabnahme von DPNH bei 340 mμ gemessen wird, die der Glucosekonzentration direkt proportional ist. Die Reaktion wird durch den Zusatz der Glucoselösung gestartet [DPNH (DPN) = Diphosphopyridinnucleotid; ATP = Adenosintriphosphat; ADP = Adenosindiphosphat; G-6-P = Glucose-6-phosphat; BTS = Brenztraubensäure]. — Nach eingehenden Untersuchungen hat sich folgende *Methode* ergeben: Man gibt 0,1 ml Blut in ein kleines Zentrifugenglas, das 0,8 ml Wasser enthält. Nach Schütteln fällt man mit 0,1 ml 20%iger Trichlor-

[1] Proc. Soc. exp. Biol. Med. **67**, 125 (1948).

[2] J. Lab. clin. Med. **48**, 652—660 (1956). Veterans Admin. Hosp. Brooklyn, Long Island Coll. Hosp. u. State Univ. New York (USA).

[3] Biochem. Z. **328**, 499—506 (1957). Univ. Frankfurt a. M.

essigsäure auf und zentrifugiert einige Minuten. In eine 4 ml-Küvette (d = 1 cm) gibt man 0,04 ml P-BTS ($1{,}22 \cdot 10^{-6}$ Mol), 0,03 ml DPNH ($3{,}6 \cdot 10^{-7}$ Mol), 0,1 ml 2 m Kaliumchlorid, 0,1 ml 0,5 m Magnesiumsulfat, 0,1 ml ATP ($8{,}5 \cdot 10^{-6}$ Mol), 0,01 ml MDH (50 μg Eiweiß), 0,01 ml PK (50 μg Eiweiß), 0,05 ml HK (100 μg Eiweiß) und 2,45 ml 0,05 m Triäthanolaminpuffer p_H 7,6. Nach 5 min bestimmt man 5 min lang den Gangwert/min und löst die Reaktion durch Zugabe von 0,1 ml des Zentrifugatüberstandes der enteiweißten Blutprobe aus. Die Glucose reagiert in 10 min ab, worauf man noch weitere 5 min den Gangwert/min mißt. Als Vergleich dient eine Küvette mit Puffer. Für jede beliebige Konzentration läßt sich der Glucosegehalt nach folgender Gleichung errechnen: $c = \Delta E \cdot 180 / 6{,}24 \cdot 10^6$ g Glucose/ml Testlösung. (ΔE ist die gemessene und extrapolierte Extinktionsabnahme, die außerdem noch um den Verdünnungseffekt korrigiert wird, der sich rechnerisch aus der abgelesenen Ausgangsextinktion ermitteln läßt. (180 = Molekulargewicht der Glucose. $6{,}24 \cdot 10^6$ = molarer Extinktionskoeffizient von DPNH für die Schichtdicke 1 cm bei 340 mμ.) — MDH wurde kristallisiert nach F. B. Straub[1] aus Schweineherzmuskel gewonnen. Das Dinatriumsalz von ATP stammt von Fa. Sigma, Chemical Company, USA, andere Präparate enthalten zu viel ADP. Die übrigen Präparate sind von der Fa. C. F. Boehringer u. Söhne, Mannheim-Waldhof bezogen. Die Genauigkeit der Methode beträgt $\pm$ 3%, die Werte liegen 20—25% unter den Hagedorn-Jensen-Werten. Die Bestimmung dauert etwa 30 min. E. Müller, Würzburg

Zur Bestimmung von Fructose, besonders in biologischem Material eignet sich nach A. Heyrovský[2] die Farbreaktion mit *β-Indolylessigsäure* in konzentriert salzsaurer Lösung. — Ähnlich wie Fructose reagieren nur *Di-*, *Tri-* und *Polysaccharide*, die Fructose enthalten, wie *Saccharose*, *Raffinose*, *Turanose*, *Melezitose*, *Sorbose*, *Tagatose* und *Insulin*, ferner die *Phosphorsäureester der Fructose*. Von den übrigen Zuckern stören selbst größere Mengen nicht. 10 mg Glucose, Stärke, Glykogen verursachen bei Raumtemperatur eine 0,05 mg Fructose entsprechende Färbung; Mannose, Galaktose, Maltose, Lactose, Rhamnose, Cellobiose, Ribose, Arabinose, Erythrit, Adonit, Dulcit, Mannit, Inosit, Dextran usw. liefern bei Raumtemperatur eine höchstens 0,2% der Färbung äquivalenter Fructosemengen entsprechende Färbung. Die im biologischen Material vorhandenen Säuren, Vitamine und Aminosäuren verursachen auch in großen Mengen keine Färbung mit dem Reagens. Gleiches gilt von vielen anderen Inhaltsstoffen. Acetessigsäure, Glucuronsäure, Lävulinsäure, Heptagluconsäure und 5-Ketogluconsäure stören in Mengen einiger mg/ml die Bestimmung, ebenso verursachen Dioxyaceton und Heparin geringe Störungen. Starke Oxydationsmittel (Nitrate, Nitrite) rufen Gelbfärbung des Reagenses auch in Fructosegegenwart hervor. — *Ausführung.* Man versetzt 1 ml Probelösung von maximal 0,1 mg Fructose mit 0,2 ml 0,5%iger Reagenslösung in Äthanol und 8 ml konz. Salzsäure. Nach dem Durchschütteln läßt man das Gemisch bei Raumtemperatur zweckmäßig über Nacht oder bei höchstens 37° C 1 Std lang stehen und mißt dann bei 530 mμ gegen die entsprechende Blindlösung. Zu jeder Serienuntersuchung ist die Durchführung zweier Bestimmungen mit Lösungen von bekanntem Fructosegehalt erforderlich, um die lineare Eichkurve aufzustellen. Die Genauigkeit der Methode beträgt 1—2% bei Fructosemengen bis zu 0,1 mg/1 ml. Es lassen sich mit geringerer Genauigkeit bis zu 0,5 mg/ml bestimmen, wenn die colorimetrische Ablesung in angemessen kürzerer Zeit nach dem Vermischen der Reaktionslösung vorgenommen wird. H. Freytag

[1] Biochemic. J. **34**, 483 (1940).

[2] Chem. Listy **50**, 1593—1597 (1956) [Tschechisch]; Collect. czechoslov. chem. Commun. **22**, 43 (1957).Univ. Prag.

Die Chromatographie von Phospholipoiden und verwandten Verbindungen auf Glaspapier, das mit Kieselsäure imprägniert ist, beschreiben M. Brown, D. A. Yeadon, L. A. Goldblatt und J. W. Dieckert[1]. Für ihre Untersuchungen benutzen sie *Eierlecithin, Lysolecithin* (mit Hilfe von Kobragift aus Eilecithin dargestellt), *Phosphatidyläthanolamin, Äthanolamin, Cholinchlorid, Natriumglycerophosphat, Glycerin, Sphingomyelin, Dimyristoyllecithin, Stearinsäure* und *Linolsäure* als Testsubstanzen, eine von J. W. Dieckert u. Mitarb.[2] beschriebene Chromatographiekammer und ein mit Kieselsäure nach Dieckert und Reiser[2] imprägniertes Glasfaserpapier Nr. X-934-AH, 30×38 cm (Reeve Angel u. Co. Inc., 52 Duane St., New York, N. Y.). Als Lösungsmittel zur Entwicklung des Chromatogramms dient eine Lösung von 200 g Phenol in 400 ml Äthyläther, der 250 ml Aceton und 50 ml dest. Wasser zugesetzt werden. Für die Chromatographie, die bei Zimmertemperatur in üblicher Weise erfolgt, wird die aufsteigende Methode gewählt (4 Proben/Streifen von 10 cm Breite). Die Entwicklung der Chromatogramme dauert bei einer Streifenlänge von 15 cm 25 min und bei einer Streifenlänge von 25 cm 90 min. Nach Verdunsten des Äthers und des Acetons wird das Phenol im Abzug durch Erhitzen des Chromatogramms über einer offenen zur Rotglut gebrachten Heizspirale vollständig entfernt (Phenolreste stören nachfolgende Reaktionen!). Durch Besprühen mit konz. Schwefelsäure und anschließendes Erhitzen (wie zuvor, bis keine Schwefelsäuredämpfe mehr auftreten) lassen sich die meisten Verbindungen mit Ausnahme von Äthanolamin, Cholinchlorid und Natriumglycerophosphat im durchscheinenden Licht als verkohlte Flecke auf weißem Untergrund erkennen. Mit Dragendorff-Reagens (Kaliumjodobismutat) können *quaternäre Ammoniumverbindungen* nachgewiesen werden, und zwar erscheinen auf dem orangefarbenen Untergrund als orangerote Flecke *Lecithin, Lysolecithin, Sphingomyelin,* als purpurbraune Flecken *Cholinchlorid*. Die *quaternären Ammoniumverbindungen* sind auch mit Phosphormolybdänsäure-Zinn(II)-chloridreagens (2%ige wäßrige Phosphormolybdänsäurelösung + 0,4%ige $SnCl_2$-Lösung in 3n Salzsäure) durch den blauen Fleck auf weißem Untergrund zu identifizieren; die *Verbindungen mit einer primären Aminogruppe* geben beim Besprühen mit 0,2%iger acetonischer Ninhydrinlösung und Erhitzen auf 80°C einen rötlichvioletten Fleck auf weißem Untergrund. Folgende R_f-Werte werden für die Testsubstanzen gefunden (Reihenfolge wie oben): 0,66, 0,31, 0,85, 0,11, 0,20, 0,05, 0,76, 0,50, 0,65, 0,95, 0,95. Die Reproduktion der Werte ist gut, gleichgültig, ob die Substanzen einzeln oder im Gemisch chromatographiert werden. H. Kathen

Eine Methode zur Bestimmung saurer Aminopolysaccharide im Harn geben N. di Ferrante und C. Rich[3] an. Das Verfahren beruht auf der Fällbarkeit der Aminopolysaccharide mit langkettigen quaternären Ammoniumsalzen und der Bestimmung der Glucuronsäure als integrierendem Bestandteil dieser Polysaccharide. Verff. haben die Bedingungen ermittelt, unter denen eine Genauigkeit von ± 4,55% zu erzielen ist. — *Ausführung.* 24 Std-Harn wird durch Kühlen konserviert; hat er eine höhere Dichte als 1,020, wird er mit dem gleichen Volumen Wasser verdünnt, ohne zu filtrieren. Doppelansätze von 30 ml Harn gibt man in 40 ml-Spitzzentrifugengläser und bringt mit 2 n Salzsäure gegen Indicatorpapier auf p_H 5. In jedes Glas kommt 1 ml einer 2,5%igen Lösung von Cetyltrimethylammoniumbromid in Wasser. Man mischt gut durch, läßt über Nacht bei 2° C

[1] Analyt. Chemistry **29**, 30—31 (1957). Southern Regional Res. Lab., U.S. Depm. Agric., New Orleans, La. (USA).

[2] Dieckert, J. W., und R. Reiser: Federation Proc. **14**, 202 (1955); J. W. Dieckert u. N. J. Morris: Analyt. Chemistry **29**, 31 (1957); vgl. diese Z. **158**, 234 (1957).

[3] J. Lab. clin. Med. **48**, 491—494 (1956). Rockefeller Inst. Med. Res., New York.

stehen und zentrifugiert bei Raumtemperatur 15 min mit 2000×g. Die überstehende Flüssigkeit wird sorgfältig dekantiert, die Gläser läßt man umgekehrt 1 min ablaufen. Der Niederschlag wird 2mal gewaschen, indem man mit einem Glasstab in 30 ml 95%igem Alkohol, der mit Natriumchlorid gesättigt ist, aufrührt und zentrifugiert. Dann bringt man den Niederschlag mit etwa 1,5 ml Wasser + 2 Tropfen 0.1 n Natronlauge in Lösung und überführt quantitativ in ein 5 ml-Meßkölbchen, das man mit Wasser bis zur Marke auffüllt. Sollte nicht alles in Lösung gehen, oder die Extinktion größer als 0,7 sein, benutzt man ein 10 ml-Kölbchen. Bleibt immer noch etwas ungelöst, trennt man davon durch Zentrifugieren, weil anderenfalls der Blindwert zu hoch wird. In 1 ml wird die Glucuronsäure mit der Carbazolmethode von Z. DISCHE[1] bestimmt. E. MÜLLER, Würzburg

Eine Methode zur Bestimmung der Phosphatidfraktionen in menschlichen Erythrocyten teilen P. FORMIJNE, N. J. POULIE und J. A. RODBARD[2] mit. Nach eingehender Überprüfung älterer Verfahren, die keine exakten Werte liefern, entwickeln Verff. ihre Methode, die die 3 beteiligten Phosphatide in mMol nach folgendem Differenz-Schema angibt: 1. Cholin nach alkalischer Hydrolyse — (minus) Nichtphosphatidcholin = *Lecithin*. 2a. Gesamtphosphor — (Gesamtcholin — Nichtphosphatidcholin) = *Kephalin*. 2b. Phosphor nach alkalischer Hydrolyse — (Cholin nach alkalischer Hydrolyse — Nichtphosphatidcholin) = Kephalin. 3a. Gesamtcholin — Cholin nach alkalischer Hydrolyse = *Sphingomyelin*. 3b. Gesamtphosphor — Phosphor nach alkalischer Hydrolyse = Sphingomyelin. Bei der milden alkalischen Hydrolyse wird nur das Cholin aus Lecithin, aber nicht aus Sphingomyelin abgespalten. — *Ausführung*. Mit einer sorgfältig entfetteten Nadel entnimmt man Blut vom nüchternen Patienten in Heparinlösung (0,2 ml 5%ige Heparinlösung 100 ml Blut). Nach Zentrifugieren und dreimaligem Waschen mit 0,9%iger Natriumchloridlösung stellt man aus den Erythrocyten mit so viel Alkohol-Äthergemisch (3:1) wie der 15fachen Menge des verarbeiteten Blutes entspricht einen Extrakt nach E. M. BOYD[3] folgendermaßen her. Von den abzentrifugierten Erythrocyten pipettiert man einen aliquoten Teil unter der Oberfläche, die die lipoidreichen Leukocyten enthält, ab, hämolysiert mit der gleichen Menge Wasser und setzt die entsprechende (oben) Menge Alkohol-Äthergemisch schnell unter Schütteln zu. Man filtriert, wäscht den Rückstand sorgfältig und füllt auf bestimmtes Volumen auf. — *Säurehydrolyse zur Gesamtcholinbestimmung*. 100 ml Alkohol-Ätherextrakt verdampft man zu kleinem Volumen und füllt mit absolutem Alkohol in ein 17 cm langes und 26 mm weites Pyrexrohr ein. Im Dampfbad wird zur Trockne gebracht, mit 10 ml 5—8 n Salzsäure versetzt und nach Zuschmelzen 12—18 Std auf 125° C erwärmt. Nach Abkühlen wird geöffnet, durch G4-Fritte filtriert, mit 12,5 ml 5 n Salzsäure nachgewaschen und das Filtrat zur Trockne verdampft. — *Bestimmung von Gesamtcholin*. Mit 5 ml 1,2 n Salzsäure bringt man den Rückstand in ein Zentrifugenglas, setzt 2 ml frisch bereitete 2%ige Ammoniumreineckatlösung in 1,2 n Salzsäure zu, rührt 1 min, läßt 2 Std im Kühlschrank stehen und zentrifugiert. Den Überstand hebert man ab, wäscht solange mit n-Propanol, bis der Überstand farblos ist und extrahiert den Rückstand portionsweise mit insgesamt 6 ml Aceton. Man mißt die Extinktion gegen Aceton bei 525 mμ. Die Werte entnimmt man einer Kurve, die mit Cholinstandardlösung analog gewonnen wurde. — *Bestimmung von Nichtphosphatidcholin*. Mindestens 150 ml Alkohol-Ätherextrakt bringt man auf dem Wasserbad zur Trockne, mischt gründlich mit 3—4 ml Wasser und filtriert durch G3-Fritte, die eine Asbestschicht trägt. Das wiederholt man 3mal. Die

[1] J. biol. Chemistry **167**, 189 (1947).
[2] Clin. chim. Acta (Amsterdam) 2, 25—34 (1957). Univ. Amsterdam (Niederlande).
[3] J. biol. Chemistry **115**, 37 (1936).

Filtrate kommen in einen 25 ml-Meßzylinder, werden auf 20 ml aufgefüllt, mit 5 ml 5%iger Eisen(III)-sulfatlösung und 250 mg Calciumcarbonat versetzt. ($Fe(OH)_3$ adsorbiert kolloidal in Lösung gegangene Phosphatide.) Nach kräftigem Mischen läßt man 2 Std stehen und filtriert durch G3-Fritte mit Asbestschicht. 20 ml Filtrat werden auf dem Dampfbad zur Trockne gebracht. Man extrahiert mit heißem Wasser, filtriert durch Whatman Nr. 40-Filter, bringt wieder zur Trockne und hydrolysiert mit 5 n Salzsäure im Rohr wie oben. Um die Fällung bei der geringen Cholinmenge zu verbessern, setzt man 1 ml einer Cholinlösung zu, die etwa 1 mg/ml enthält. Mit 4 ml 1,5 n Salzsäure überführt man in ein Zentrifugenglas und verfährt zur Cholinbestimmung wie oben. Der Blindwert wird genauso, aber ohne Phosphatidextrakt angesetzt; außerdem unterbleibt die Säurehydrolyse. Der aus der Eichkurve abgelesene Wert für Cholin wird mit 5/4 multipliziert, um die Cholinmenge in 150 ml Alkohol-Ätherextrakt zu erhalten. — *Bestimmung von Gesamtphosphor.* 20 ml Alkohol-Ätherextrakt werden im Rohr zur Trockne gebracht, mit Quarzstückchen und 0,5 ml konz. Schwefelsäure auf dem Sandbad auf 260—280° C bis zur Schwärzung und zum Entweichen von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Nach Abkühlen werden 3 ml 65%ige Salpetersäure zugegeben, es wird dann bei gleicher Temperatur bis zur Farblosigkeit und abermaligem Auftreten von Schwefelsäuredämpfen erhitzt. Als Blindwert werden 0,5 ml Schwefelsäure und 3 ml Salpetersäure ebenso behandelt. Die Rückstände überführt man in einen 25 ml-Meßzylinder und neutralisiert mit 25%igem Ammoniak gegen Phenolphthalein als Indicator. Unter Berücksichtigung des Blindwertes wird die Phosphorsäure nach A. P. Briggs[1] als Molybdänblau bei 660 mμ photometrisch bestimmt. — *Bestimmung von Lecithincholin und Lecithin- plus Kephalinphosphor.* Den Trockenrückstand von 150 ml Alkohol-Ätherextrakt läßt man in einem verschlossenen Erlenmeyer-Kolben 16 Std mit 7,5 ml 1n Kalilauge bei 37° C stehen. Wenn die Suspension Raumtemperatur erreicht hat, setzt man 2,5 ml 4,5 n Salzsäure zu, filtriert nach 1 Std durch G3-Fritte mit Asbestschicht und wäscht 4mal mit je 2,5 ml 0,5 n Salzsäure. Das Gesamtfiltrat füllt man auf 25 ml auf, es fungiert als Lösung F. Im Trockenrückstand von 20 ml F bestimmt man Cholin, das aus Lecithin und Nichtphosphatidcholin stammt. In 3 ml F bestimmt man nach Veraschen (oben) den Phosphor, der aus Lecithin und Kephalin stammt. E. Müller, Würzburg

Über die fluorimetrische Bestimmung von Adrenalin im peripheren Venenplasma während Insulinhypoglykämie berichtet R. A. Millar[2]. Zur Anwendung gelangt die Methode von H. Weil-Malherbe und A. Bone[3] mit geringen Abänderungen. Sie bestehen darin, daß das Absorptionsrohr nur eine Kapazität von 30 ml hat und unten ein 10 cm langes und 7 mm weites Glasrohr, oben ein solches von 5 cm Länge und 10 mm Weite trägt. Statt im Vakuum wird mit Druckluft gearbeitet. Als Füllung dient unvorbehandeltes, nicht alkalisches Aluminiumoxyd „Woelm I". Die Einstellung der Acetatpuffer-Plasmamischung auf p_H 8,4 ist nicht erforderlich. Den Eluaten der Standardlösungen oder des Wassers werden Adrenalin und Noradrenalin zugesetzt, da sonst die Fluorescenz dieser Lösungen im Vergleich mit gleichen Mengen der beiden Amine im Plasmaeluat zu gering ist (bedenklich, Ref.). Während und nach der Kondensation mit Äthylendiamin werden alle Zentrifugengläser gleichmäßig dem Raum- oder Tageslicht ausgesetzt. Zur Auswertung wird ein Farrand-Fluorimeter mit Rubicon-Galvanometer benutzt. Die primäre Filterkombination besteht aus einem 436 mμ Interferenzfilter und einem Wratten-

[1] J. biol. Chemistry **53**, 13 (1922); vgl. auch diese Z. **70**, 93, 206 (1927).

[2] J. Pharmacol. exp. Therapeut. **118**, 435—445 (1956). Univ. School of Medic., Philadelphia, Pa. (USA).

[3] Lancet **1**, 974 (1953).

Gelatinefilter Nr. 35, die sekundäre aus einem 500 mμ Interferenzfilter und einem Wratten-Gelatinefilter Nr. 57. Nach der Injektion von Insulin finden sich beim Menschen 0,37—2,30 μg Adrenalin/l Venenplasma, beim Hund lauten die entsprechenden Zahlen 0,51—4,11. Bei zwei Versuchspersonen war die Infusion von 0,04—0,06 μg Adrenalin/kg/min erforderlich, um signifikante Blutdruckerhöhung zu erzielen. Die Plasmawerte an Adrenalin betragen dann 0,25 und 0,34 μg/l.

E. Müller, Würzburg

Über die biologische Insulinbestimmung am Kaninchen berichten I. Hahn, W. Hohlweg, A. Rückert und H. Seel[1]. Es handelt sich um die Vorschrift für den entsprechenden Nachtrag zum DAB 6. Derartige Vorschriften sind in ausländischen Pharmakopöen schon enthalten und stützen sich auf die Rahmenvorschrift des Völkerbundes von 1926. Es wurde die Blutzuckersenkung beim Kaninchen, verglichen mit dem internationalen Insulinstandard, bestimmt, die nach subcutaner Injektion des zu prüfenden Präparates eintritt. Die Blutzuckerbestimmung erfolgt nach H. C. Hagedorn und B. N. Jensen[2]. E. Müller, Würzburg

Rohes Insulin aus Walfischpankreas wurde von Y. Sasano und K. Higashi[3] papierchromatographisch gereinigt. Als Lösungsmittelsystem diente Essigsäure/Butanol/Wasser in verschiedenem Verhältnis. Die günstigste Lösungsmittelzusammensetzung zur Abtrennung von reinem Insulin wurde ermittelt. Es konnte damit aus dem Rohprodukt in einer Stufe und guter Ausbeute Insulin isoliert werden, das die gleiche Wirkung wie das kristalline Produkt besaß.

Eva Neuhaus

Die Bestimmung der Gesamtascorbinsäure und der Ascorbinsäure in Urin nehmen W. Feldheim und R. Schmidt[4] in einem Arbeitsgang vor, wobei sie die Ascorbinsäure mit Hilfe von 2,6-Dichlorphenolindophenol ermitteln und dann die gebildete Dehydroascorbinsäure zusammen mit der schon vorhandenen mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin in der von J. H. Roe u. Mitarb.[5] angegebenen Weise reagieren lassen. Die Menge des gebildeten Osazons wird photometrisch erfaßt. — Der Urin wird zur Stabilisierung mit etwas Metaphosphorsäure versetzt. Bei Belastungsversuchen ist er mit bidest. Wasser im Verhältnis 1 : 10 oder 1 : 20 zu verdünnen. Zur Durchführung von Doppelbestimmungen werden in zwei Zentrifugengläser von etwa 30 ml 5 ml Urin zu je 12 ml 2%iger wäßriger Trichloressigsäure gegeben. Man versetzt mit je 3 ml einer etwa 0,02%igen 2,6-Dichlorphenolindophenollösung und überschichtet mit je 10 ml Amylacetat. Die erste Probe wird nach 15 min umgeschüttelt, wobei der überschüssige Farbstoff extrahiert wird. Mit Probe 2 verfährt man nach 30 min in der gleichen Weise. Eine dritte Probe mit 17 ml Trichloressigsäure, 3 ml Farbstoff und 10 ml Amylacetat dient zur Ermittlung der Gesamtstärke der Dichlorphenolindophenollösung. Eine weitere Probe mit 15 ml Trichloressigsäure, 5 ml Urin und 10 ml Amylacetat ist zur Bestimmung des Blindwertes notwendig. Die einzelnen Proben werden zentrifugiert. Die Absorption der Amylacetat-

[1] Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **96**, 63—67 (1957). Charité u. VEB Berlin-Chemie, Berlin.

[2] Biochem. Z. **135**, 46 (1923); vgl. diese Z. **68**, 317 (1926).

[3] J. pharmac. Soc. Japan **76**, 1359—1361 (1956) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.-fass. refer.) Tokyo Res. Lab., Taiyo Fisheries Co. (Japan).

[4] Vitamine u. Hormone **7**, 331—337 (1956). Anst. Vitaminforsch. u. -prüf., Potsdam-Rehbrücke.

[5] Science **95**, 77 (1942); J. biol. Chemistry **147**, 399 (1943); **152**, 511 (1944); **174**, 201 (1948).

schicht wird in 10 cm-Küvetten im PULFRICH-Photometer mit Filter S 53 gemessen. Bei der Ausrechnung ist zu berücksichtigen, daß in der ersten Probe die Ascorbinsäure bereits vollständig oxydiert war, gleichzeitig aber auch noch störende reduzierende Stoffe in langsamerer Oxydation erfaßt wurden. Die Probe 2 erlaubt den Rückschluß auf die Menge dieser reduzierenden Stoffe, so daß mit Hilfe der Probe 3 unter Benutzung des aus Probe 4 sich ergebenden Blindwertes der auf die Ascorbinsäure zurückgehende Verbrauch an Farbstoff und damit die Menge an Ascorbinsäure errechnet werden kann. — Zur Bildung des 2,4-Dinitrophenylosazons werden 2 mal 4 ml der abgetrennten wäßrigen Phase in je ein Reagensglas abpipettiert und mit je 1 Tropfen einer 10%igen wäßrig-alkoholischen (1 : 1) Lösung von Thioharnstoff sowie 1 ml einer schwefelsauren Dinitrophenylhydrazinlösung (2 g in 100 ml etwa 9n Schwefelsäure lösen und filtrieren; etwa 4 Wochen haltbar) versetzt. Man läßt entweder 3 Std im Brutschrank bei 37°C oder 75 min bei 50°C im Thermostaten stehen. Man kühlt dann ab und gibt bei Eiskühlung tropfenweise unter Schütteln 5 ml 85%iger Schwefelsäure zu. Nach 30 min wird im PULFRICH-Photometer mit dem Filter S 53 in 30 cm-Küvetten gemessen. Für den Blindwert werden 4 ml der wäßrigen Phase in gleicher Weise behandelt nur mit dem Unterschied, daß das Dinitrophenylhydrazin erst kurz vor der Messung zugegeben wird. An Hand einer mit frisch hergestellten Ascorbinsäurelösungen aufgestellten Eichkurve wird die Gesamtascorbinsäure ermittelt. L. ACKER

Die papierchromatographische Bestimmung des Vitamin E-Gehaltes der Faeces nimmt W. FELDHEIM[1] folgendermaßen vor: 10 g frischer Kot werden in ein verschließbares 50 ml-Zentrifugenglas eingewogen, mit 0,5 ml einer frisch hergestellten 50%igen Natriumascorbinatlösung und 20 ml einer wäßrig-methanolischen (1 : 1) 4n Kalilauge versetzt und nach Aufsetzen eines Schliffkühlers im Wasserbad von etwa 80°C verseift (30—45 min). Danach schüttelt man mit 20 ml Benzin (Kp 50—60°C) aus und trennt die Phasen durch Zentrifugieren. 5 ml des Extraktes werden im Vakuum eingedampft. Man nimmt den Rückstand mit 0,5 ml abs. Äthanol auf und trägt davon 0,25 ml längs der Startlinie strichförmig auf. Das Papier (Schl. & Sch. 2043b) wird vorher in Streifen von 12×40 cm zerschnitten und durch Einlegen in eine 2,5%ige Lösung von Vaseline in Äther präpariert. Man arbeitet absteigend mit 80%igem Äthanol als Fließmittel. Ein Schutzgas, z. B. Stickstoff, ist nicht notwendig. Zum Sichtbarmachen werden die Papierchromatogramme nach Trocknen bei Zimmertemperatur zuerst mit einer 2%igen Lösung von Dipyridyl in Chloroform und dann mit einer 0,5%igen wäßrigen Lösung von Eisen(III)-chlorid besprüht. Wo sich Tocopherole befinden, bildet sich der rot gefärbte Eisen(II)-Dipyridylkomplex. Mit 10 ml Wasser werden die roten Flecken aus dem Papier gelöst und im PULFRICH-Photometer unter Verwendung des Filters S 50 ausgewertet. L. ACKER

Höhere cancerogene Kohlenwasserstoffe wurden im aufsteigenden Papierchromatogramm von A. PIETZSCH[2] untersucht. Verwandt wurde Schl. & Sch.-Papier Nr. 2043b und als Lösungsmittel Methanol/Wasser 9:1. Die Flecke waren im UV sichtbar. Folgende R_f-Werte wurden ermittelt: *Anthracen: 0,76; Benzanthracen: 0,70; Dibenzanthracen: 0,40; Dimethylbenzanthracen: 0,64; Phenanthren: 0,78; Pyren; 0,77; Benzpyren: 0,63; Methylcholanthren: 0,43.* Die Methode wurde beim Nachweis cancerogener Stoffe in *Motorabgasen* und *Tabakrauch* angewandt. EVA NEUHAUS

[1] Vitamine u. Hormone **7**, 323—330 (1956). Anst. Vitaminforsch. u. -prüf. Potsdam-Rehbrücke.

[2] Pharmazie **12**, 24—30 (1957). Stadtkrankenhaus Dresden-Friedrichstadt.

Namen- und Sachverzeichnis des 159. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

A.B.C.M.—S.A.C.-Joint Committee on Methods for the Analysis of Trade Effluents. Bestimmung nichtflüchtiger Substanzen, die mit Leichtpetroleum extrahierbar sind, in Wasser 363. — Bestimmung von Calcium und Magnesium sowie der Gesamthärte in Wasser 362

Achvonen, V. A. Trennung von Aluminium und Phosphat 61

Adamovič, L. P., und Kravčenko, T. U. Reaktion zwischen Salicylsäure und Berylliumsalzen 297

Adams, F., und Rouse, R. D. Störender Einfluß von Phosphationen und Sulfationen auf die flammenphotometrische Calciumbestimmung 297

Adams, N. G., siehe Coleman, H. J.

Adams, R. C., Barnett, R. E. und Keller, D. E. Korrektur infolge des Sauerstoffgehaltes der Reagentien bei der Bestimmung des Sauerstoffgehaltes von Wasser 361

Agrinskaja, N. A. Colorimetrische Bestimmung von Aluminium in Stahl und Gußeisen 152

Agterdenbos, J. Indirekte photometrische Mikrobestimmung von Barium nach Fällung als Chromat. Mit Fehlerdiskussion 202 [Or]

Akiyama, T. Bestimmung von Beryllium in einem Beryll 442

Akiyama, T., Fujita, M., Fujiwara, M. und Kawashima, K. Fällung von Kupfer, Quecksilber und Cadmium mit Isonicotinsäurehydrazid 58

Alimarin, I. P., und Gibalo, I. M. Bestimmung von Beryllium in Legierungen und Konzentraten durch radiometrische Titration 435

Alleman, T. G., siehe Jordan, J.

Allen, W. M. Bestimmung von Nebennierenrindensteroiden 395

Amin, A. M. Empfindlichkeit des Kaliumnachweises mit Natriumtetraphenyloborat 296

Anand, V. D., siehe Malhotra, O. P.

Andersch, M. A., Komplexometrische Bestimmung von Calcium in Serum 159

Anderson, R. C., Delabarre, Y. und Bothner-By, A. A. Analyse von ^{14}C-markierten Verbindungen 226

Anduze, R. A. Titanbestimmung in Polyäthylen 74

Anliker, R., Rohr, O. und Ruzicka, L. Nachweis von androgenen Hormonen in einem virilisierenden Ovarialtumor 376

Antipova, N. P., siehe Šatenšteijn, A. I.

Armstrong, G., Bradbury, F. R. und Standen, H. Bestimmung von Benzolhexachlorid 76

Arnold, Z., siehe Knobloch, E.

Aronovic, S. M., siehe Meiklejohn, R. A.

Arthur, P., Komyathy, J. C., Maness, R. F. und Vaughan, H. W. Stationäre Quecksilberelektrode 220

von Arx, E., und Neher, R. Apparative Hilfsmittel der Papierchromatographie 51

Ashgar, A. G., Qayyum, M. A. und Rana, G. M. Bestimmung von Sulfaten in Böden und Wässern 365

Asmus, E., und Garschagen, H. Bestimmung von Cyanid 383

Audran, R., siehe Chechan, C.

Averell, P. R., und Norris, M. V. Störung des Nachweises von Diäthyl-p-nitrophenylthiophosphat 77

Babko, A. K., und Jevtušenko, L. M. Colorimetrische Bestimmung von Phosphat und Kieselsäure 303

Bacík, Z., siehe Knobloch, E.

Bakács-Polgár, E., siehe Szekeres, L.

Bakker, K. A. Spektrophotometrische Bestimmung der Verunreinigungen von 4-Amino-6-hydroxyisophthalsäure und m-Aminophenol 449

Balletine, R., siehe Bernstein, W.

Banerjea, D. Spectrophotometric Determination of Titanium with Salicylamidoxime 123 [Or]

Banerji, S. K., und Dey, A. K. 2,4-Hydroxy-5-chloro-acetophenone as a Reagent in Inorganic Analysis. Colour Reactions with Cations 293 [Or]
Barieau, R. E. Analyse von Metallen in Mehrkomponentengemischen mit selektiver Röntgenabsorption 42
Barnabas, J., siehe Barnabas, T.
Barnabas, T., und Barnabas, J. Papierchromatographische Trennung der Metalle der IIb- und IIIa-Gruppe 50
Barnett, R. E., siehe Adams, R. C.
Barnholdt, B. Trennung des Neovitamins A_1 von dem isomeren all-trans-Vitamin A_1 318
Bart, H. Darstellung von Diphenylarsinsäure 130
Bártfay, M., siehe Szebellédy, L.
Baumann, F., und Shain, I. Analyse von Chrom(VI) an rotierenden Gold-Mikroelektroden 54
Beck, G., und Berli, W. Nephelometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium mit Natriumnaphthalhydroxamat 453
Beck, I., siehe Kenny, F.
Beckmann, R., siehe Dresia, H.
Béguin, M. Störungen der argentometrischen Bestimmung von Sulfonamiden in Tabletten durch Magnesiumstearat 448
Berenblum, I., und Chain, E. Bestimmung von Phosphor 140
Bergstresser, K. S. Bestimmung von Titan in Plutonium-Titanlegierungen 440
Berli, W., siehe Beck, G.
Berndt, W., siehe Pschorr, R.
Bernstein, W., und Balletine, R. Zählrohr zur Untersuchung von $^{14}CO_2$ 226
Bertin, E., siehe Lane, T. J.
Bertling, L., siehe Böhme, H.
Berton, A., und Ceccaldi, M. Selbstgebautes IR-Photometer zur Analyse von leichtem und schwerem Wasser 43
Beshgetoor, A. W., siehe Shrader, S. A.
Beukenkamp, J., Rieman III, W. und Lindenbaum, S. Trennung von Phosphaten 369
Bhattacharyya, S. C., siehe Sogani, N. C.
Biefer, K. W., siehe Hadorn, H.
Bito, Y. Vergleich der Flecken einer Aminosäure bei verschiedenen Konzentrationen 387
Blake, G. G. Konduktometrische Zelle zur Auswertung von Chromatogrammen 218
Blessin, C. W., Kretschmer, C. B. und Wiebe, R. Trennung von Alkohol- und Fettsäuregemischen durch thermische Diffusion 229
Bljum, I. A., und Uljanova, I. A. Bestimmung von Thallium in Erzen 157
Bobtelsky, M., und Rafailoff, R. Heterometrische Mikrobestimmung von Blei mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 62
Bode, H., und Schaaff, G. Über die Beständigkeit wäßriger alkalischer Dithiollösungen 182 [Or]
Böhme, H., und Bertling, L. Bestimmung von Diphenyl in Citrusfrüchten 319
Bohnstedt, U., und Budenz, R. Halbmikroverfahren zur photometrischen Phosphorbestimmung besonders in Stählen und Isolierungsrückständen 12 [Or]. — Photometrisches Halbmikroverfahren zur Arsenbestimmung, besonders in Stahl, Eisen und Isolierungsrückständen 95 [Or]. — Photometrisches Halbmikroverfahren zur Schwefelbestimmung, besonders in Stahl, Eisen und Isolierungsrückständen 102 [Or]
Boissonnas, R. A., siehe Meyer, K. H.
Bonastre, J. Bestimmung von Blei in Wein 307
Bone, A., siehe Weil-Malherbe, H.
Bonetti, G., siehe Viscontini, M.
Bongiovanni, A. M., und Eberlein, W. R. Analyse von chromatographischen Fraktionen der Nebennierensteroide 394
Borchardt, L. G., und Butler, J. P. Photometrische Bestimmung von Kupferspuren in Papier und Produkten der Papierindustrie 446
Bose, P. K., siehe Chakraborty, D. P.
Bosly, J. Analytik des Theophyllins und seiner Derivate 375, 376
Bothner-By, A. A., siehe Anderson, R. C.
Bové, J., und Raveux, R. Einzelheiten der Trennung von C_1—C_6-Carbonsäuren 232. — Siehe auch Raveux, R.
Bradbury, F. R., und Standen, H. Trennung von Benzolhexachlorid und Pentachlorcyclohexen 76. — Siehe auch Armstrong, G.

Bradbury, W. C., siehe Hanson, M. W.
Brandštetr, J., und Kotrlý, S. Photometrische Titration von Cyanid 300
Bratina, A., Perpar, M. und Tišler, M. Quantitative Bestimmung von Morphin in Mohnkapseln 380
Braun, T. Nachweisreaktionen mittels gekoppelter Katalyse 135
Breuer, H., und Nocke, W. Bestimmung der 17-Hydroxycorticosteroide im Urin 397
Bricker, C. E., und Waterbury, G. R. Bestimmung von Mikrogrammmengen Zirkonium in Plutoniumlegierungen 440
Briggs, R., Davies, F. S., Dyke, G. V. und Knowles, G. Laufende Sauerstoffbestimmung in fließendem Abwasser 362
Bronner, F., und Jernberg, N. A. Zentrifugieraggregat zur Herstellung von festen radioaktiven Präparaten durch Filtration 137
Brosdetzko, J. J., und Ohlenschläger, G. Hämoglobin- und Eiweißbestimmung bei Blutspendern 399
Brown, Ch. L., und Kirk, P. L. Elektrochromatophoretische Differenzierung von Tinten 373. — Siehe auch Karler, A.
Brown, J. B., siehe Findley, T. W.
Brown, M., Yeadon, D. A., Goldblatt, L. A. und Dieckert, J. W. Chromatographie von Phospholipoiden und verwandten Verbindungen auf Glaspapier, das mit Kieselsäure imprägniert ist 460
Brown, P. G. M., siehe Wain, A. G.
Brownell, H. H., Hamilton, J. G. und Casselman, A. A. Papierchromatographische Reindarstellung verschiedener Substanzen 48
Brüggemann, J., Karg, H. und Käppeler, O. Bestimmung von Ascorbinsäure und Adrenalin in Rattennebennieren 393
Bruss, D. B., und Wyld, G. E. A. Lösungsmittel für potentiometrische Neutralisationsreaktionen 130
Bubeníková, V., siehe Janák, J.
Bubert, H. M., siehe Truitt, E. B.
Buchanan jr., E. B., und Wagner, W. Spektralphotometrische Bestimmung von Eisen 305
Budenz, R., siehe Bohnstedt, U.
Büchi, J., und Schumacher, H. Papierchromatographische Reinheitsprüfung der therapeutisch verwendeten Solanaceen-Alkaloide 378
Bühn, H., siehe Michl, H.
Burr jr., W. W., und Wiggans, D. S. Bestimmung von ^{14}C und ^{35}S in Blut 454
Burrows, F. H., siehe Lichtenfels, D. H.
Butler, E. A., und Swift, E. H. Bestimmung von fünfwertigem Arsen mit Thioacetamid 141
Butler, J. P., siehe Borchardt, L. G.
Butt, W. R., Morris, P., Morris C. J. O. R. und Williams, D. C. Trennung von Steroiden 395
Bystroff, A. S., siehe Fritz, J. S.

Cadenas, E. Colorimetrische Bestimmung von μg-Mengen Phosphor 140
Cain jr. C., siehe Dean, J. A.
Caldas, A., siehe Feigl, F.
Campbell, C. W., siehe Price, C. A.
Caravaglios, R., und Chiaverini, P. Elektrochromatographische Untersuchung löslicher Proteine 393
Caraway, W. T., und Fanger, H. Ultramikrobestimmung von Harnstoff im Serum 386
Carballido-Ramallo, O., siehe Gonzáles-Carreró, J.
Carlton, J. K., siehe Hanson, M. W.
Carr, C. J., siehe Truitt, E. B.
Carstens, Y., siehe ven Horst, H.
Cartier, P. Nachweis von Pyrophosphat in Knochengewebe 454
Casimir, J., siehe Gerlaxhe, S.
Casselman, A. A., siehe Brownell, H. H.
Castle, J. N., siehe Helwig, H. L.
Cates, V. E., siehe Lambert, J. L.
Ceccaldi, M., siehe Berton, A.
Černoch, M., Dokoupil, J. und Chutný, B. Bestimmung von Citral, Pseudojonon, α- und β-Jonon und C_{14}-Aldehyd 452
Černucha, G. N., und Gurkina, K. M. Komplexometrische Bestimmung von Zink und Cadmium in cyanidhaltigen Elektrolytlösungen 368
Chain, E., siehe Berenblum, I.
Chakraborty, D. P., und Bose, P. K. Papierchromatographische Untersuchungen von 12 natürlichen Cumarinen 239
Chavkin, Ju. A. Elektrophoretische Trennung der Serumproteine 456
Chechan, C., Audran, R. und Verain, A. Systematischer Fehler bei spektrometrischen Fluorescenzmessungen 41

Cheftel, R. I., Munier, R. und Macheboeuf, M. Papierchromatographische Technik 233
Chiaverini, P., siehe Caravaglios, R.
Chimenko, M. T., siehe Škodin, A. M.
Chládek, O., siehe Jureček, M.
Chládková, R., siehe Jureček, M.
Chovin, P., siehe Moureu, H.
Chutný, B., siehe Černoch, M.
Cimerman, Ch., und Frenkel, S. Mikrovolumetrische Bestimmung von Quecksilber mit Thionalid 298
Ciola, R. Bestimmung von flüchtigen Aldehyden in Gasen und Dämpfen 360
Ciuhandu, Gh., und Giuran, V. Photometrische Bestimmung von Silber in Gegenwart von Kupfer 250 [Or]
Clark, R. O., siehe Maranowski, N. C.
Clarke, E. G. C. Mikrochemischer Nachweis weniger bekannter Alkaloide 375
Clasper, M., Haslam, J. und Mooney, E. F. Identifizierung von Nylon neben verwandten Polymeren 446
Codell, M., Egan, R. P. und Norwitz, G. Bestimmung des aktiven Titans in Titanpulvern, die in der Pyrotechnik verwendet werden 437
Cohen, S., und Kaluszyner, A. Farbreaktion zwischen 17-Ketosteroiden und 3,5-Dinitrobenzoesäure 396
Coleman, H. J., Adams, N. G., Eccleston, B. H., Hopkins, R. L., Mikkelsen, L., Rall, H. T., Richardson, D., Thompson, C. J. und Smith, H. M. Trennung und Identifizierung von Schwefelverbindungen in Petroleumfraktionen 67
Coleman, H. J., Thompson, C. J., Rall, H. T. und Smith, H. M. Bestimmung von Schwefelverbindungen in Petroleumdestillaten 68
Conrad, A. L., siehe Gaylor, V. F.
Conroy, H. W., Munsey, V. E. und Ramsey, L. L. Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff, Äthylendichlorid und -dibromid 70
Consden, R., Gordon, A. H. und Martin, A. J. P. Chromatographische Apparatur 218
Conway, E. J. Mikrodiffusionstechnik zur Bestimmung von Ammoniak 73
Cordes, H. F., und Tait, Ch. W. Bestimmung von Wasser in verschiedenen Hydrazinen 372
Coriou, H., Huré, J. und Coursier, J. Einfluß von verschiedenen Faktoren auf die Abscheidung von Metallspuren 221
Coton, L., Lampitt, L. H. und Fuller, C. H. F. Apparatur für amperometrische Titrationen 447
Coursier, J., siehe Coriou, H.
Cullum, D. C. Bestimmung von Natriumlaurat in Natrium-N-Lauroylsarcosinat 235
Cummings, W. G., und Redfearn, M. W. Apparat zur Bestimmung von SO_2 in der Luft 359
Cundiff, H. I., siehe Rosenthal, H. L.
Curry, D. R., und King-Cox, J. T. Leistungsfähigkeit des Tinsley-Registrierpolarographen 56
Curry, R. P., und Mellon, M. G. Fluoridbestimmung in Wasser 150
Curti, R., und Locchi, S. Polarographische Reduktion von Chloriten und Bromaten 305
Curtis, M. L., siehe Salutsky, M. L.
Cyvina, B. C., und Davidović, N. K. Analyse von Berylliumerzen 155

Daess, A. M., siehe Khalifa, H.
Dakin, H. D. Bestimmung von Prolin 390
Daniels, M. Spektralphotometrische Arsenatbestimmung 142
Dar, S. H., und Das Gupta, A. K. Oxaldihydroxamsäure als Reagens 131
Datta, S. K. Use of Organic Reagents in Inorganic Analysis. Part VI. Determination of Thorium and Zirconium with Phenyl Glycine-ortho and para-Carboxylic Acids 241 [Or]
Davey, C. L. Bestimmung von Carnosin und Anserin sowie von ihren Vorstufen im Gewebe 455
Davidović, N. K., siehe Cyvina, B. C.
Davies, F. S., siehe Briggs, R.
Dean, J. A., und Cain jr., C. Flammenphotometrische Bestimmung von Kupfer, Nickel und Mangan in Aluminiumlegierungen 436
Decker, J. M., siehe Ulmer, R. C.
Dehmel, P., siehe Gottschalk, G.
Delabarre, Y., siehe Anderson, R. C.
Delahay, P., und Mamantov, G. Extrapolationsverfahren für photometrische Titrationen schwacher Basen in verschiedenen Lösungsmitteln 132

Desbaumes, P., und Deshusses, J. Bestimmung von Methylbromid in begasten Lebens- und Genußmitteln 307
Deshusses, J., siehe Desbaumes, P.
Desty, D. H., und Whyman, B. H. F. Gaschromatographie zur Bestimmung von Verunreinigungen in Petroleumfraktionen 67
Dewey, P. A., siehe Toribara, T. Y.
Dey, A. K., siehe Banerji, S. K., sowie Mukherji, A. K., und Singh, E. J.
Dieckert, J. W., und Morris, N. J. Trennung von Phospholipoiden 460
Dieckert, J. W., und Reiser, R. Papierchromatographie von Phosphatiden 368, 460. — Siehe auch Brown, M.
Diehl, H., und Ellingboe, J. L. Komplexometrische Bestimmung von Calcium in Serum 159
Diemair, W., und Heiligenthal, A. Quantitative photometrische Bestimmung von Formaldehyd neben Hexamethylentetramin 231
Dietrich, F., siehe Schettler, G.
Dinnin, J. I. Bestimmung von Tantal in Erzen 438
Dirscherl, W., Korus, W. und Schriefers, H. Trennung von Steroiden durch Verteilungschromatographie an Cellulosesäulen 395
Dische, Z. Carbazolmethode zur Bestimmung von Aminopolysacchariden 461
Doadrio, A., siehe Montequi, R.
Dobkina, B. M., und Petrova, Je. I. Bestimmung von Tantal und Titanlegierungen 438
Dörfel, H., siehe Fischer, F. G.
Dokoupil, J., siehe Černoch, M.
Doležal, J., Simon, V. und Zýka, J. Titrationen mit Kaliumcyanidlösung 223
Domanský, R. Bestimmung von Sulfid in Schwarzlaugen 73
Donahoe jr., C. G., siehe Wagner, P. T.
Donahoo, W. P., siehe Engelbrecht, R. M.
Dorfmüller, Th. Analytisches Verhalten von D 860 381. — Untersuchung des Urins auf Eiweiß 393
Doty, D. M., siehe Martin, J. B.
Doughman, W. R., siehe Hirt, R. C.
le Dreff, L., siehe Gauthier, B.
Dresia, H., und Beckmann, R. Radiologische Schnellbestimmung von Kalium mit dem Geiger-Müller-Zählrohr in Lösungen 1 [Or]
Drinberg, A. Ja., Jakovlev, A. D. und Sokolova, Z. S. Bestimmung der Estergruppen in Polyacryl- und Polymethacrylestern 74
Dunning, C. L. Bestimmung von Chemikalienrückständen in behandelten Getreideprodukten 68
Dunstone, E. A., siehe Forss, D. A.
Durieux, J., und Kaminski, M. Trennung der Ovalbuminbestandteile 457
Dyke, G. V., siehe Briggs, R.

Earle, R. F., siehe van Etten, C. H.
Eberlein, W. R., siehe Bongiovanni, A. M.
Ebnöther, C., siehe Viscontini, M.
Eccleston, B. H., siehe Coleman, H. J.
Eck, R., siehe Kapfhammer, J.
Eder, K. Druckregler für die Mikro-C-H-Analyse 227. — Hilfseinrichtung für die Stickstoffmikrobestimmung nach Kjeldahl 228. — Füllvorrichtung für einfache Mikrobüretten 139
Edson, S. N., und Mills, R. H. Colorimetrische Bestimmung von Magnesium in Boden 365
Egan, R. P., siehe Codell, M.
Eggertsen, F. T., und Weiss, F. T. Nachweis und Bestimmung kleiner Mengen organischer Phosphorverbindungen 75
Eggleston, L. V., und Hems, R. Papierchromatographische Bestimmung von organischen Di- und Triphosphaten 319
Eggstein, M., siehe Schettler, G.
Ellingboe, J. L., siehe Diehl, H.
Ellis, C. M., und Vogel, A. I. Verwendung von Vanadium(II)-salzlösungen für Titrationen 133
Elmlinger, A., siehe Salutsky, M. L.
Engelbrecht, H.-J., siehe Runge, F.
Engelbrecht, R. M., Moseley, H. E., Donahoo, W. P. und Rolingson, W. R. Bestimmung von Melamin neben Guanidin 369
Ennor, A. H., siehe Rosenberg, H.
Erbe, S. Beitrag zur colorimetrischen Bestimmung des Vitamins A mit verschiedenen Chlorhydrinen 327 [Or]
Erdey, L., und Szabadváry, F. Bestimmung von Vanadium in Reinaluminium 429 [Or]
van Etten, C. H., Earle, R. F., McGuire, T. A. und Senti, F. R. Bestimmung von Morphin in Mohnkapseln 380

Fairing, J. D., und Short, F. R. Bestimmung von Alkylbenzolsulfonatreinigungsmitteln in Oberflächenwasser und Abwasser 363
Fanger, H., siehe Caraway, W. T.
Farah, M. Y., siehe Khalafalla, S. E.
Fasel, M., siehe Monnier, D.
Feeney, R. E., siehe Rhodes, M. B.
Fehér, F., und Sauer, K.-H. Bestimmung von Kohlenstoff in gereinigtem Schwefel 80
Feigl, F., und Caldas, A. Nachweis von Eisenspuren mit 2,2′-Dipyridyl oder 1,10-Phenanthrolin 305
Feigl, F., und Goldstein, D. Nachweis von Aluminium und Hydroxytriphenylmethanfarbstoffen 61
Feigl, F., und Rosell, R. A. Nachweis von organischen Oxydantien in der Tüpfelanalyse. Unterscheidung von Chloramin T und Alkalihypochlorit 335 [Or]
Feldheim, W. Papierchromatographische Bestimmung von Vitamin E in Faeces 464
Feldheim, W., und Schmidt, R. Bestimmung der Gesamtascorbinsäure und der Ascorbinsäure im Urin 463
Fenwick, F., siehe Willard, H. H.
Ferguson, W. S., siehe Laitinen, H. A.
Fernandez Santiso, M., siehe Montequi, R.
Fernlund, U., und Zechner, S. Nachweis von Phosphor 141
Fernlund, U., Zechner, S. und Olofsson, R. Nachweis von Phosphor 141
di Ferrante, N., und Rich, C. Bestimmung saurer Aminopolysaccharide im Harn 460
Fiedler, H., siehe Kaufmann, H. P.
Findley, T. W., und Brown, J. B. Bestimmung der Carbonylzahl 65
Finston, H. L., siehe Stoner, G. A.
Fischbach, H., siehe Levine, J.
Fischer, E. J. Verseifungszahl 65
Fischer, F. G., und Dörfel, H. Papierchromatographische Trennung der Aminosäuren 388
Fischer, J., und Schmidt, W. Kohlenstoffbestimmung in Schwefel und Schwefelerzen 443
Fischer, R. B., und Ring, Ch. E. Quantitative IR-Analyse von Apatitgemischen 158
Fisher, S., und Kunin, R. Bestimmung von Uran in Erzen oder Lösungen 158
Flaschen, S. S., siehe Garn, P. D.
Flaschka, H., und Soliman, A. Triäthylentetramin (Trien) als analytisches Reagens. II. Photometrische Titrationen von Kupfer neben anderen Metallen 30 [Or]
Fleck, S. A., siehe Lichtenfels, D. H.
Fletcher, J. M., siehe Wain, A. G.
Födisch, D., siehe Schaak, W.
Folch, J., siehe van Slyke, D. D.
Foreman, J. K., Riley, C. J. und Smith, T. D. Absorptiometrische Bestimmung von Mikrogramm-Mengen Uran mittels des Uran(IV)-Thoronol-Komplexes 144
Formijne, P., Poulie, N. J. und Rodbard, J. A. Bestimmung der Phosphatidfraktionen in menschlichen Erythrocyten 461
Forss, D. A., Dunstone, E. A. und Stark, W. Papierchromatographie der 2,4-Dinitrophenylhydrazone der Alk-2,4-dienale 231
Fraenkel-Conrat, H., und Singer, B. Bestimmung von Histidin, Tyrosin, Methionin und Arginin in Proteinhydrolysaten 389
Franke, H., siehe Runge, F.
Freed, M., und Wynne, A. M. Hydroxylzahl 65
Frenkel, S., siehe Cimerman, Ch.
Frey, A., und Wegener, D. Trennung und Identifizierung höherer Alkohole in Weindestillaten 309
Fričová, V., und Přistoupil, T. I. Bestimmung von despezifiziertem Rinderserum in biologischem Material 383
Fries, G., siehe Hörmann, H.
Fritz, J. S., Richard, M. J. und Bystroff, A. S. Komplexometrische Titrationen zweiwertiger Metalle 133
Fujimoto, M. Nachweis geringer Mengen von Kupfer an Kationenaustauscher 58. — Nachweis von Spuren Wismut 63. — Nachweis kleiner Mengen von Nickel 146
Fujita, M., siehe Akiyama, T.
Fujiwara, M., siehe Akiyama, T.
Fukushima, S., Iwata, S., Kume, S. und Shigemoto, M. Flammenphotometrische Bestimmung von Mikromengen von Natrium in Bleimetall 437
Fuller, C. H. F., siehe Coton, L.

Gad, G., und Hoppe, W. Bestimmung des Permanganatverbrauches von Wasser und Abwasser 148

Garn, P. D. Waage mit automatischer Anzeige zur Durchführung thermogravimetrischer Messungen 226
Garn, P. D., und Flaschen, S. S. Gerät zur Differential-Thermoanalyse 136
Garschagen, H., siehe Asmus, E.
Gauthier, B., und le Dreff, L. Bestimmung von Methionin in pharmazeutischen Präparaten 448
Gaylor, V. F., Conrad, A. L. und Landerl, J. H. Mit Wachs imprägnierte Graphitelektroden in der Polarographie 53. — Polarographische Bestimmung von Antioxydantien in Benzin an der mit Opalwachs oder Castorwachs imprägnierten Graphitelektrode 54
Gedansky, S. J., und Gordon, L. Titration von Silber mit Äthylendiamintetraacetat 58
Geiger, R. A., und Sandell, E. B. Fluorimetrische Zirkoniumbestimmung mit Morin 301
Gerdom, K. H., siehe Schenck, H.
Gerlaxhe, S., Casimir, J. und Renard, M. Papierchromatoelektrophoretische Trennung von Aminosäuren 388
Gheorghiu, C., siehe Spacu, P.
Gibalo, I. M., siehe Alimarin, I. P.
Gibson, G., und Norymberski, J. K. Bestimmung der 17-Oxycorticosteroide im Urin 397
Girard, M., und Rousselet, F. Optimale Bedingungen der Entfernung des Farbstoffüberschusses aus gefärbten Zonen in Papierelektropherogrammen 220
Gireesan, S., siehe Viswanathan, A.
Giri, K. V. Agarelektrophorese von Proteinen auf Cellophan- und Polyester-Filmen 392
Gisclard, J. B., siehe Hirt, R. C.
Giuran, V., siehe Ciuhandu, Gh.
Gladkova, Je. N., siehe Šatenšteijn, A. I.
Glass, P., siehe Handelsman, M. B.
Glemser, O., siehe Ziegler, M.
Glenn, E. M., und Nelson, D. H. Bestimmung von Plasma-Hydrocortison 397
Goldblatt, L. A., siehe Brown, M.
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Gómez-Vigide, F., siehe González-Carreró, J.
González-Carreró, J., Carballido-Ramallo, O. und Gómez-Vigide, F. Fehlerursachen bei der colorimetrischen Bestimmung des Stickstoffs nach Kjeldahl 227
Goodall, M. C. Bestimmung verschiedener Aminosäuren nach der Ninhydrinmethode 455
Goodban, A. E., und Stark, J. B. Bestimmung von Äpfelsäure in Pflanzenmaterial 72
Gordon, A. H., siehe Consden, R.
Gordon, L., siehe Gedansky, S. J.
Goto, K. Aluminiumbestimmung in eisenhaltigen Industriewässern 150
Gottlieb, K. R., siehe Reimers, F.
Gottschalk, G. Zur gravimetrischen Halbmikro- und Mikrobestimmung des Phosphors als 3-Oxin-1-Phosphor-12-Molybdat 257 [Or]
Gottschalk, G., und Dehmel, P. Statistik in der chemischen Analyse. I. Die Aufdeckung systematischer und grober Fehler und die Bedeutung zufälliger Fehler im Rahmen gravimetrischer und titrimetrischer Analysenverfahren 81 [Or]
Grabar, P., siehe Uriel, J.
Grassmann, W., und Hannig, K. Chromatographische Technik 386. — Papierelektrophoretische Technik 392
Grassmann, W., Hannig, K. und Knedel, M. Elektrophoretische Technik 393
Green, H. Bestimmung von Glykolsäure in gebrauchten Frostschutzmitteln 371
Greene, S. A. Gaschromatographie zur Untersuchung von Reaktionsprodukten 216
Greene, S. A., und Roy, H. E. Einfluß verschiedener Trägergase auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen 45
Grein, L., siehe Pfleiderer, G.
Groot, C., und Troutner, V. H. Thermowaage mit automatischer Anzeige 225
Günzel, C. Zur papierchromatographischen Trennung von Glykosiden des Roten Fingerhutes (Digitalis purpurea L.) 36 [Or].
Guerra, S. L., siehe Peterson, R. E.
Das Gupta, A. K., siehe Dar, S. H.
Gurkina, K. M., siehe Černucha, G. N.

Haas jr. J. W., und Lynch, C. C. Derivative Polarographie von Kohlenhydraten 236
Hacaperková, J., siehe Macek, K.

Hadorn, H., und Biefer, K. W. Papierchromatographische Abtrennung von Rüböl 311
Hadorn, H., und Suter, H. Verschiedene Methoden zur Bestimmung von Butterfett neben Kokosfett 315
Hagedorn, H. C., und Jensen, B. N. Blutzuckerbestimmung 463
Hahn, I., Hohlweg, W., Rückert, A. und Seel, H. Biologische Insulinbestimmung 463
Hale, C. C., Quiram, E. R., McDaniel, J. E. und Stringer, R. F. Bestimmung des Gesamtschwefels in Petroleumprodukten 66
Hamilton, J. G., siehe Brownell, H. H.
Handelé, M. J., und Zijlstra, W. G. Bestimmung von Methämoglobin 400
Handelsman, M. B., Sass, M. und Glass, P. Blutzuckerbestimmung mit Anthron 458
Hannig, K., siehe Grassmann, W.
Hanot, C. Papierelektrophorese aromatischer Amine 52
Hanson, M. W., Bradbury, W. C. und Carlton, J. K. Spektralphotometrische Bestimmung kleiner Tellurmengen in metallischen und oxydischen Proben 152
Hardwick, W. H., siehe Stuart, W. A.
Hardy, C. J., siehe Pollard, F. H.
Hartkamp, H., siehe Specker, H.
Haslam, J., siehe Clasper, M.
Hasselbach, C. H., siehe Meyer, K. H.
Hayden, K. J. Photometrische Schnellbestimmung von Thiamin in pharmazeutischen Erzeugnissen oder Lebensmitteln 318
Headridge, J. B., siehe Magee, R. J.
Hediger, H. J. Neuere Entwicklung der Untersuchung von Fetten durch IR-Spektroskopie 235
Hée, A., siehe Saillard, N.
Heiligenthal, A., siehe Diemair, W.
Heisig, G. B., und Pollard, F. H. Empfindlichkeit chromatographischer Sprühreagentien 217
Hejno, K., siehe Knobloch, E.
Helwig, H. L., Reilly, W. A. und Castle, J. N. Jodidbestimmung im Harn 384
Hems, R., siehe Eggleston, L. V., sowie Krebs, H. A.
Herrmann, J., und Raths, J. Bestimmung der freien Aminosäuren des Kartoffelsaftes 386
Herzinger, R., siehe Springer, R.
Hess, T. M., siehe Hunemorder, E. J.
Hester, J. B. Natriumacetatlösung zur Extraktion von Bodenproben 365
Heyrovský, A. Bestimmung von Fructose in biologischem Material 459
Higashi, K., siehe Sasano, Y.
Higuchi, T., siehe Rehm, C.
Hill, R. M., siehe Rhodes, M. B.
Hirano, S., und Kurobe, M. Schnellbestimmung von Kalk für die Eisenverhüttung 153
Hirt, R. C., Doughman, W. R. und Gisclard, J. B. Industrielle hygienische Flugstaubuntersuchungen 435
Hörmann, H., Lamberts, J. und Fries, G. Bestimmung der Dinitrophenylderivate von Aminoverbindungen und Phenolen 455
Hohlweg, W., siehe Hahn, I.
Holeček, V. Papierchromatographische Trennung der Koproporphyrine I und III 400
Holló, J., und Szejtli, J. Bestimmung der Stärke 447
Hood, S. L., siehe Zweig, G.
Hoover, T. B., und Hutchison, A. W. Bestimmung von Wasser in rauchender Salpetersäure 445
Hopkins, R. L., siehe Coleman, H. J.
Hoppe, W., siehe Gad, G.
Horn, H., siehe Stühlen, F.
ven Horst, H., Jurkovich, V. und Carstens, Y. Reproduzierbarkeit von Absorptionsmessungen an ungefärbtem und gefärbtem Chromatographierpapier 217
Horton, A. D., Thomason, P. F. und Kelley, M. T. Bestimmung von Korrosionsprodukten und Zusätzen in Uransalzlösungen von homogenen Reaktoren 135
Houff, W. M. H., und Schuetz, R. D. Bestimmung von Methionin in pharmazeutischen Präparaten 448
Hoxter, G., und Mungioli, R. Geometrische Analyse in der Papierelektrophorese 52
Hoxter, G., Wajchenberg, B. L. und Mungioli, R. Geometrische Analyse in der Papierelektrophorese 52
Hume, D. N., siehe Linde, H. W.
Hunemorder, E. J., und Hess, T. M. Spektrometrische Bestimmung von Thorium und Seltener Erden in Magnesiumlegierungen 151
Huré, J., siehe Coriou, H.
Hutchison, A. W., siehe Hoover, T. B.

Ieki, Y. Bestimmung von Ammoniakresten in Phenol-Formaldehydharzen 73
Ikeda, S. Flammenphotometrische Bestimmung von Alkalien und Erdalkalien 295
Irreverre, F., siehe Piez, K. A.
Ishibashi, M., Tanaka, T. und Kawai, T. Sulfosalicylsäure als Maskierungsmittel 223
Iwata, S., siehe Fukushima, S.
Izáková, K. Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium bei niedrigem Magnesiumgehalt 444

Jackwerth, E., siehe Specker, H.
Jäger, A. J. Papierchromatographie für mikrobiologische Untersuchungen 382
Jakovlev, A. D., siehe Drinberg, A. Ja.
Jakovleva, Je. A., siehe Šatenšteijn, A. I.
Jakubčik, A. I., und Zykova, S. K. Verteilungschromatographische Trennung von Säuren, die bei der oxydierenden Zersetzung von Ozoniden der Divinylpolymeren erhalten werden 73
James, A. T. Trennung und Identifizierung gesättigter und ungesättigter Fettsäuren in der Gaschromatographie 47
James, A. T., und Martin, A. J. P. Gaschromatographische Technik 47
Janák, J., Nedorost, M. und Bubeníková, V. Trennung von Chlor, Brom und Jod 45
Janssen, C., und Smit, G. B. Bestimmung des Sauerstoffgehaltes von Kesselspeisewasser 361
Jefferies, J. P., und Phillips, J. I. Bestimmung von Benactyzin 450
Jegge, C., siehe Monnier, D.
Jegorova, Je. N., siehe Moračevskij, Ju. V.
Jensen, B. N., siehe Hagedorn, H. C.
Jernberg, N. A., siehe Bronner, F.
Jevtušenko, L. M., siehe Babko, A. K.
Jindra, A., und Šípal, Z. Bestimmung von Gentisinsäure 451
Jobst, H., siehe Schettler, G.
Johnson, R. A., siehe Nyman, C. J.
Jordan, J., und Alleman, T. G. Thermochemische Titrationen 129
Joshi, M. K. On the Determination of Cerium(IV) by Iodate and Bromate 283 [Or]
Junghähnel, G. Selbstgefertigte spektralphotometrische Anordnung 42
Jureček, M., Chládek, O., Chládková, R., Souček, M. und Srpová, B. Nachweis und Identifizierung und Bestimmung niedriger Alkohole im Mikromaßstab 228
Jurkovich, V., siehe ven Horst, H.
Juza, R., Puff, H. und Witt, H. Direkte Bestimmung des Oxydgehaltes von salzartigen Nitriden und Carbiden 277 [Or]

Kacetl, L., siehe Krejčí, F.
Käppeler, O., siehe Brüggemann, J.
Kalkwarf, D. R., siehe Perkins, R. W.
Kalous, V., und Poláček, J. Elektrophorese von Blutserum in Acetatpuffern 382
Kaluszyner, A., siehe Cohen, S.
Kaminski, M., siehe Durieux, J.
Kapfhammer, J., und Eck, R. Fällung von Prolin 390
Kapfhammer, J., und Mohn, G. Isolierung von Prolin aus Eiweißhydrolysaten mit 2,4,6-Trinitrobenzoesäure 390
Karabatur, A., siehe Kaufmann, H. P.
Karchmer, J. H. Potentiometrische Bestimmung von Mercaptanen 229
Karg, H. Colorimetrische Bestimmung von Adrenalin und Ascorbinsäure in der Nebenniere nach Insulingaben 394. — Siehe auch Brüggemann, J.
Karkuzaki, L. I., siehe Škodin, A. M.
Karler, A., Brown, Ch. L. und Kirk, P. L. Unterscheidung von Tinten 373
Karl-Kroupa, E. Bestimmung von Phosphat 370
Karrer, A., siehe Peterson, R. E.
Karrer, P., siehe Viscontini, M.
Kaškovskaja, E. A., siehe Mustafin, I. S.
Kato, T., Takei, S. und Oagami, A. Colorimetrische Bestimmung von Quecksilber(II) nach der Dithizonmethode 59
Kaufmann, H. P. Quantitative Bestimmung von geradkettigen Fettsäuren 233
Kaufmann, H. P., und Fiedler, H. Nachweis von Rüböl 311
Kaufmann, H. P., Lüssling, Th. und Karabatur, A. Nachweis von Rüböl in Olivenöl 311
Kaufmann, H. P., und Nitsch, W. H. Trennung von Fettsäuregemischen 233. — Nachweis von Rüböl 311

Katzmann, E. E., Thorne, J. C. und Volbert, F. Nachweis der Raffination von Schweineschmalz 312
Kawahane, K., siehe Tamura, Z.
Kawai, T., siehe Ishibashi, M.
Kawashima, K., siehe Akiyama, T.
Kaye, W. I., siehe Parton, H. W.
Kearns, C. W., siehe Sternburg, J.
Keller, D. E., siehe Adams, R. C.
Kelley, M. T., siehe Horton, A. D.
Kenny, F., und Kurtz, R. B. Bestimmung von Sulfat 304
Kenny, P., Kurtz, R. B., Beck, I. und Lukosevicius, I. Volumetrische Sulfatbestimmung 304
Keppel, G. E., und Morgan, V. E. Bestimmung von Schwefeldioxyd in Weingetränken 48
Kerkhoven, A. J. M., Kwantes, A. und Zuidema, H. W. J. Empfänger in der Gaschromatographie bei quantitativen Analysen 44
Khalafalla, S. E., und Farah, M. Y. Potentiometrische Analyse von Gemischen aus verschiedenen Metallen 81
Khanolkar, D. Bond Titration with Mercuric Nitrate in Aqueous Medium. Analysis of Binary Mixtures of Barium, Strontium & Magnesium together with Their Joint Volumetric Application 426
Khanolkar, D. und Desai, A. M. Quantitative Titration with the Acid Electrode 271
Kiesow, S., und Kiesow, M. H. Maßanalytische Bestimmung von Quecksilber 304
Kiesow, M. H., siehe Kiesow, S.
Kiss, T. und Kiss, I. Bestimmung von sauren Komponenten in Gemischen durch Titration in Schwefelkohlenstoff 242
Kiss, T., Tarján, V. Szebényi, I. und Kiss, I. Maßanalytische Bestimmung von Sulfat 42
Kitchen, M. Colorimetrische Bestimmung von Vanadium IV 304
Klarmayer, O., siehe Linser, H.
Klemenc, A. H. Papierchromatographische Trennung von Thiaminpräparaten 314
Kliday, M. V., siehe Shepherd, M.
Kimura, K., und Saito, K. Einwirkungen von Probelösungen in Kohlenstoffen bei spektrochemischen Analysen 216
Kimura, K., und Sano, H. Colorimetrische Mikrobestimmung von Zirconium 63
King-Cox, J. T., siehe Curry, D. R.
Kirk, P. L., siehe Brown, Ch. L. sowie Karler, A.
Kirsten, W. J. Bürettenvorrichtung für Spaltrohrtitrationen 138
Kissl, L., siehe Kiss, T.
Kitchener, J. A., Liberman, A. und Spratt, D. A. Jodometrische Bestimmung von Ammoniak III 304
Knecht, M., siehe Grassmann, W.
Knight, S. B., Parks, B. L., Leicht, S. C. und Parks, K. L. Colorimetrische Bestimmung von Ruthenium 147
Knobloch, E., Hejno, K., Arnold, Z., Mňoušek, K. und Bacík, Z. Polarographische und spektrographische Bestimmung von Citral, Pseudojonon, α-Jonon, β-Jonon und dem C_{18}-Aldehyd 452
Knowles, G., siehe Briggs, R.
Kocsk, F. C., und McMeekin, T. L. Darstellung von Nessler-reagens 227
Koch, O. G. Aufbau und Verwendung von Capillarrührern 187
Koch, W., und Ploum, H. Bestimmung von Titan in Stählen 439
Kloeffer, T. und Vetesnik, J. Anwendungsmöglichkeiten der Infrarotspektroskopie organischer Stoffgemische 48
Kloeppe, D. und Tarayre, M. Analyse des Quecksilber(II)-amidochlorids 79
Kocher, J., Novak, K. und Perpar, M. p-Dimethylaminobenzalrhodanin als Reagens zur quantitativen Bestimmung geringer Silbermengen 113
Kocourek, J. M. und Vavra, H. Bestimmung von Bromid 70
Kompanetz, J. L., siehe Arutjun, P.
Kon, S. K. und Thompson, S. Y. Bestimmung der Vitamine zur Beurteilung der Qualität der Margarine 347
Kondratjew, A. A., siehe Schuftan, H.
Konga, J. Isolierung von Phosphationen aus Bodenextrakt 305
Konrad, W., siehe Bruckner, W.
Kotsonis, A. Z., siehe Thomas, G. N.
Kotrlý, S., siehe Brandštetr, J.
Kovářík, M. und Mařík, M. Qualitative Nachweise von Thallium 286
Kozlovskij, M. T., siehe Vojnovskova, A. P.
Kracht, W., siehe Wieland, Th.
Krasowitz, G., siehe Müller, R.
Krasowitz, I. V., siehe Litvinova, L. P.

Krebs, H. A., und Hems, R. Papierchromatographische Trennung von Thiaminphosphaten 319
Krejčí, F., und Kacetl, L. Maßanalytische Bestimmung von Nitrat 140
Kretschmer, C. B., siehe Blessin, C. W.
Kričmar, S. I. Luminescenzmethode zur Bestimmung kleiner Fettmengen in Säuren 371
Kridelka, J.-C., und Schlag, J. Bestimmung von Serum-Ac-globulin 456
Krogh-Svendsen, E., siehe Zimmermann, J.
Kuemmel, D. F., und Mellon, M. G. Bestimmung geringer Bormengen 60
Kuether, C. A., siehe Roe, J. H.
Kuhlmann, G. Gerbstoffbestimmungen in homöopathischen Zubereitungen 374
Kuhn, H., siehe Michl, H.
Kume, S., siehe Fukushima, S.
Kunin, R., siehe Fisher, S.
Kuramoto, R., siehe Schwartz, M. A.
Kurobe, M., siehe Hirano, S.
Kurtz, R. B., siehe Kenny, F.
Kwantes, A., siehe Keulemans, A. I. M.

Laitinen, H. A., und Ferguson, W. S. Chronopotentiometrische Analyse in geschmolzenem Lithiumchlorid-Kaliumchlorid 131
Lambert, J. L., und Cates, V. E. Nachweis und Bestimmung von Aminen und Phenolen mit Hilfe stabilisierter Diazoniumionen 238
Lamberts, J., siehe Hörmann, H.
Lampitt, L. H., siehe Coton, L.
Landerl, J. H., siehe Gaylor, V. F.
Lane, T. J., Quagliano, J. V. und Bertin, E. Polarographische Untersuchung von Tetrakis-(äthylenthioharnstoff)-kupfer(I)-nitrat 296
Lassner, E., und Scharf, R. Die Maskierung von Uran(VI) bei komplexometrischen Titrationen (p_H 10) 212 [Or]
Latinák, J., und Skalický, L. Papierchromatographische Trennung der Naphthylamin- und Naphtholsulfosäuren 238
Lebbe, J., siehe Moureu, H.
Lehmann, K., siehe Rupp, E.
Leidt, S. C., siehe Knight, S. B.
Lemke, O., siehe Rupp, E.
Levi, L. Bestimmung von Morphin mit dem Morphin-Marmé-Komplex 381
Levina, N. D., und Pantelejeva, L. I. Bestimmung von Kalium in Glas 442
Levine, J., und Fischbach, H. Trennung von Protoveratrinen 379
Lewis, J. S., siehe Patton, H. W.
Liberman, A., siehe Kitchener, J. A.
Lichtenfels, D. H., Fleck, S. A. und Burrows, F. H. Gaschromatograph 46
Liddell, H. F., und Saville, B. Photometrische Bestimmung von Essigsäureanhydrid und verwandten Verbindungen 234
Lilie, H. Wismutbestimmung in Blei und Zinn durch extraktive Abtrennung mit Thionalid 196 [Or]
Linde, H. W., Rogers, L. B. und Hume, D. N. Apparatur für thermochemische Titrationen 129
Lindenbaum, S., Peters, T. V. und Rieman III, W. Trennung von Phosphaten 369. — Siehe auch Beukenkamp, J.
Lindenfors, S. Trennung der 4-Chloro-trans-zimtsäure von der entsprechenden cis-Verbindung und Trennung der 2,4-Dichloro-trans-zimtsäure von der cis-Komponente 239
Lindh, N. O. Mikrobestimmung von Zucker mit der Phloroglucinreaktion 236
Lindstedt, G. Bestimmung von Wasser, Fett und Stärke in Margarine 314
Lingane, J. J. Polarographische Bestimmungmethoden 443. — Siehe auch Page, J. A.
Linser, H., und Kiermayer, O. Fluorescenzanalytischer Nachweis von Indolkörpern insbesondere von Indol-3-acetonitril 240
Litteria, M., siehe Recknagel, R. O.
Locchi, S., siehe Curti, R.
Löwenthal, J. Bestimmung von Gentisinsäure 451
Lohmann, K., siehe Wendland, W.
Lord jr., S. S. Analyse von Mischungen aus Toluol-2,4-diisocyanat und Toluol-2,6-diisocyanat 237
Lowen, W. K. Bestimmung von Schwefelkohlenstoffrückständen in Getreideprodukten 68. — Abänderung der Dithiocarbaminatmethode zur Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in Getreideprodukten 69
Lucchesi, C. A. Röntgenspektrometrische Bestimmung von Strontium in Calciummineralien 155

Lüssling, Th., siehe Kaufmann, H. P.
Lukosevicius, I., siehe Kenny, F.
Lydersen, D. L., und Opem, M. Zur Wasserdampfdestillation von Ammoniak aus Bodenextrakten 339 [Or]
Lynch, C. C., siehe Haas jr., J. W.

Maas, E., siehe Steiner, M.
McCarthy, T. E., und Sullivan, M. X. Untersuchung von Aminosäuren 389
McDaniel, J. E., siehe Hale, C. C.
McDonald, I. R. C., und Watson, C. C. Bestimmung der aktiven Insecticidgehalte kommerzieller Insektenvertilgungsmittel 75
Macek, K., und Hacaperková, J. Eignung verschiedener Papiere zur Chromatographie 48
McFarren, E. F. Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 388
McGuire, T. A., siehe van Etten, C. H.
Macheboeuf, M. Papierelektrophoretische Technik 53. — Siehe auch Cheftel, R. I.
McMeekin, T. L., siehe Koch, F. C.
Magee, R. J., und Headridge, J. B. Papierchromatographische Trennung und Bestimmung der Alkalimetalle sowie anderer Metalle 49
Maiwald, L., und Maske, H. Papierchromatographischer Nachweis von Pyridoxin, Pyridoxamin, Nicotinsäure und Nicotinsäureamid 450
Malhotra, O. P., und Anand, V. D. Estimation of Dichlor-Acetaldehyde 285 [Or]
Mallach, H. J., siehe Paulus, W.
Malspeis, L., siehe Schwartz, M. A.
Mamantov, G., siehe Delahay, P.
Maness, R. F., siehe Arthur, P.
Manoušek, O. Polarographische Bestimmung von Eisen 306
Mapes, D. A., und Shrader, S. A. Bestimmung flüchtiger Halogenverbindungen in Getreideprodukten 70. — Bestimmung des Gesamtbroms in Methylbromid und Äthylendibromid 71
Mapper, D., siehe Smales, A. A.
Maranowski, N. C., Snyder, R. E. und Clark, R. O. Bestimmung von Arsenspuren in Erdöldestillaten 66
Marcali, K. Colorimetrische Mikrobestimmung von Toluol-2,4-diisocyanat in der Atmosphäre 359
Marsh, T. P., siehe Mehlig, J. P.
Martens, G., und Schwarz, K. Über die komplexometrische Bestimmung von Kupfer und Mangan nebeneinander 22 [Or]
Martin, A. J. P., siehe Consden, R., sowie James, A. T.
Martin, J. B., und Doty, D. M. Bestimmung von Phosphat 370
Martin, R. L., siehe Meloche, V. W.
Maruna, R. F. L. Kaliumbestimmung im Serum 159
Maske, H., siehe Maiwald, L.
Massey, H. F. Flammenphotometrische Kupferbestimmung in Pflanzengewebe 71
Masui, M. Hochfrequenztitrationen langkettiger Dicarbonsäuren 56
Masters, Y. F., siehe Shetlar, M. R.
Mathers, A. P., siehe Pro, M. J.
Matoušková, J., siehe Munk, V.
Matthias, W. Papierchromatographische Technik 387
Mehlig, J. P., und Marsh, T. P. Nachweis von Arsen im Gang der qualitativen Analyse 141
Mehrotra, R. C., siehe Tandon, J. P.
Meiklejohn, R. A., Meyer, R. J., Aronovic, S. M., Schuette, H. A. und Meloche, V. W. Identifizierung der einzelnen Komponenten in Gemischen langkettiger unverzweigter Fettsäuren 234
Melamed, Š. G., und Saltikova, A. M. Bestimmung von Zinn, Blei, Antimon, Wismut und Cadmium in Titan, Zirkonium, Tantal und Niob 300
Mellon, M. G., siehe Curry, R. P., sowie Kuemmel, D. F.
Meloche, V. W., Martin, R. L. und Webb, W. H. Spektralphotometrische Bestimmung sehr kleiner Rheniumkonzentrationen 144. — Siehe auch Meiklejohn, R. A.
Meyer, K. H., Haselbach, C. H. und Boissonnas, R. A. Bestimmung von Ascorbinsäure bzw. Adrenalin 394
Meyer, R. J., siehe Meiklejohn, R. A.
Michal, J., Pavlíková, E. und Žýka, J. Die Verwendung von Merkupral für die photometrische Bestimmung von kleinen Quecksilbermengen in Erzen 321 [Or]
Michl, H. Apparatur zur Hochspannungselektrophorese 377
Michl, H., Kuhn, H. und Bühn, H. Verhalten der Tabakalkaloide bei der Papierelektrophorese 377

Mihail, G., siehe Pirtea, Th. I.
Mikkelsen, L., siehe Coleman, H. J.
Millar, R. A. Fluorimetrische Bestimmung von Adrenalin 462
Miller, R. A., siehe Salutsky, M. L.
Miller, V. L., und Swanberg jr., F. Quecksilberbestimmung in Urin 453. —Siehe auch Polley, D.
Mills, R. H., siehe Edson, S. N.
Mitchell, L. C. Papierchromatographischer Nachweis und Trennung von technischem DDT 76. — Papierchromatographische Trennung und Nachweis von Aldrin, Dieldrin, Lindan, Methoxychlor, Perthan und Rhothan 76
Mňouček, K., siehe Knobloch, E.
Mohn, G., siehe Kapfhammer, J.
Molnár, L. G., Szekeres, L. und Zergényi-Balásfalvy, M. Arsenometrische Bestimmung von Formaldehyd, Ameisensäure, Bromat und Eisen(II) 161 [Or]
Monnier, D. Bestimmung von Alkohol in Blut 385
Monnier, D., und Fasel, M. Spektralphotometrische Bestimmung von Blutalkohol 385
Monnier, D., und Jegge, C. Bestimmung der physikalisch-chemischen Eigenschaften von Oxaldihydroxamsäure 131
Monnier, D., und Rüedi, W. F. Polarographische Bestimmung des Blutalkoholgehaltes 385
Montequi, R., Doadrio, A. und Fernandez Santiso, M. Reaktion zwischen Quecksilberchlorid und Aceton 57
Montequi, R., Doadrio, A. und Serrano, C. Maßanalytische Bestimmung von Kalium nach Fällung als Kaliumtetraphenyloborat 57
Mooney, E. F., siehe Clasper, M.
Moore, F. L., siehe Smith, G. W.
Moore, S., und Stein, W. H. Trennung von Aminosäuren an Ionenaustauschersäulen 387, 455
Moračevskij, Ju. V., und Jegorova, Je. N. Fluorbestimmung in Silicaten 154
Moroškina, T. M., und Prokofjev, V. K. Spektralanalytische Bestimmung von kleinen Vanadiummengen in kompliziert zusammengesetzten Silicaten 154
Morris, C. J. O. R., siehe Butt, W. R.
Morris, N. J., siehe Dieckert, J. W.
Morris, P., siehe Butt, W. R.
Morrison, J. F., siehe Rosenberg, H.
Moseley, H. E., siehe Engelbrecht, R. M.
Motojima, K. Maskierung von Eisen 150
Moučka, M., siehe Kovařík, M.
Moureu, H., Chovin, P., Truffert, L. und Lebbe, J. Bestimmung der Kohlenoxydgehalte von Blut 383
Müller, K., siehe Rupp, E.
Müller, R., und Krampitz, G. Trennung nichtbasischer Aminosäuren auf Ionenaustauschersäulen 387
Müller-Buschbaum, H. K., siehe Witzmann, H.
Mukerjee, H. G. Electro-Migration on Paper in the Separation of Ions. VIII 287 [Or]
Mukherji, A. K., und Dey, A. K. Verwendung von Natriumrhodizonat zum Nachweis von Silber, Blei und Eisen 296
Muller, C. J., und Zijlstra, W. G. Spektrophotometrische Bestimmung von Methämoglobin 400
Mungioli, R., siehe Hoxter, G.
Munier, R., siehe Cheftel, R. I.
Munk, V., und Matoušková, J. Bestimmung von Cyanid in biologischem Material 383
Munsey, V. E., siehe Conroy, H. W., sowie Keppel, G. E.
Murty, G. V. L. N., Viswanathan, T. S. und Ramakrishna, V. Bestimmung von Mikrogrammengen Fluor in Erzen, Schlacken, Stäuben und Pflanzenprodukten 443
Mustafin, I. S., und Kaškovskaja, E. A. Chromoxanfarbstoffe als Indicatoren in der Chelatometrie 222
Muto, S., siehe Yamagata, N.

Nedorost, M., siehe Janák, J.
Neeb, R. Der mikrochemische Nachweis des Iridiums, Palladiums und Platins mit Phosphonium- und Arsoniumsalzen. Beiträge zur analytischen Chemie der Platinmetalle. VII 401 [Or]
Neher, R., siehe von Arx, E.
Nelson, D. H., und Samuels, L. T. Bestimmung von Plasma-Hydrocortison 397. — Siehe auch Glenn, E. M.
Nelson, K. L. Bestimmung des Reinheitsgrades organischer Verbindungen durch Aufnahme der Abkühlungskurven 129
Nelson, R. A., siehe Pro, M. J.
Němečková, A., siehe Šantavý, F.

Neu, R. Identifizierung der Flavone und ihrer Abbauprodukte 451
Neuhaus, K. Polarographische Bestimmung von Endrin 78
Nicloux, Blutalkoholbestimmung mit Dichromat 385
Niebuhr, J., und Pothmann, C. Spektrographische Bestimmung kleiner Bleigehalte in Chrommetall und Chromoxyd 151
Nielsch, W. Komplexometrische Bestimmung der Wasserhärte 149
Nitsch, W., siehe Kaufmann, H. P.
Nocke, W., siehe Breuer, H.
Norris, M. V., siehe Averell, P. R.
Norwitz, G., siehe Codell, M.
Norymberski, J. K., siehe Gibson, G.
Novak, N., siehe Kolšek, J.
Nyman, C. J., und Johnson, R. A. Polarographische Bestimmung von Ammoniak und Äthylendiamin 303

Ohlenschläger, G., siehe Brosdetzko, J. J.
Okáč, A., und Sommer, L. Bestimmung von Titan in Stählen 439
Okagami, A., siehe Kato, T.
Olofsson, R., siehe Fernlund, U.
Opem, M., siehe Lydersen, D. L.
Oza, V. T. Bestimmungsverfahren für Natriumhyponitrit neben Nitrit, Nitrat und Carbonat 139

Page, J. A., und Lingane, J. J. Wasserstoff-Stickstoff-Coulometer 137
Pantelejeva, L. I., siehe Levina, N. D.
Pap, É., siehe Szekeres, L.
Parellada, L., siehe Peg, V.
Parks, R. L., siehe Knight, S. B.
Parry, E. P. Bestimmung von zweiwertigem Quecksilber in Gegenwart von Halogeniden, Thiocyanat und ähnlichen Komplexbildnern 297
Patrovský, V. Nachweis von Bor, Germanium, Niob und Tantal 60
Patton, H. W., Lewis, J. S. und Kaye, W. I. Gaschromatograph 45
Paulus, W., und Mallach, H. J. Verhalten von E 605 an verschiedenen Adsorbentien mit Solventien 77. — Störung des Nachweises von E 605 77
Pavlíková, E., siehe Michal, J.
Peg, V., und Parellada, L. Nachweis und Bestimmung von Spurenelementen mit Hilfe der Papierchromatographie 49
Percival, W. C. Gaschromatographische Bestimmung fluorierter Kohlenwasserstoffe 45
Perkins, R. W., und Kalkwarf, D. R. Submikrobestimmung von Thorium im Harn 160
Perpar, M., siehe Bratina, A., sowie Kolšek, J.
Peters, T. V., und Rieman III, W. Trennung von Phosphaten 369. — Siehe auch Lindenbaum, S.
Peterson, R. E., Karrer, A. und Guerra, S. L. Bewertung des Silber-Porter-Verfahrens zur Bestimmung von Plasma-Hydrocortison 397
Petri, N., siehe Ziegler, M.
Petrova, Je. I., siehe Dobkina, B. M.
Peurifoy, P. V., und Schrenk, W. G. Brauchbarkeit, Empfindlichkeit und Reproduzierbarkeit der stationären Quecksilberelektrode 220
Pfaff, J., siehe Pschorr, R.
Pfleiderer, G., und Grein, L. Enzymatische Bestimmung von D-Glucose im Blut 458. — Siehe auch Wieland, Th.
Philip, J. E., und Schenck, J. R. Fraktionsschneider in der Chromatographie 219
Phillips, J. I., siehe Jefferies, J. P.
Pietsch, R. Die Fällung von Uran mit Kakodylsäure 37 [Or]. — Urantrennungen mit Kakodylsäure 343 [Or]. — Metallfällungen mit Mono- und Diphenylarsinsäure 130
Pietzsch, A. Chromatographische Bestimmung cancerogener Kohlenwasserstoffe 464
Piez, K. A., Irreverre, F. und Wolff, H. L. Trennung und Bestimmung cyclischer Iminosäuren 235
Pilleri, R., siehe Vietti-Michelina, M.
Pirtea, Th. I., und Mihail, G. Eine neue mikrogewichtsanalytische Bestimmungsmethode für Beryllium 205 [Or]
Platonova, A. F., siehe Popova, N. M.
Pleticha, R. Polarographische Bestimmung von Spurenelementen in Pflanzenasche 366
Ploum, H., siehe Koch, W.
Plummer, A. J. Bestimmung von Theophyllin in Blut und Urin 376
Pohl, H. Vergleichsmessungen mit verschiedenen Colorimetern und Photometern 43
Poláček, J., siehe Kalous, V.

Poljakov, P. M., und Rusanov, A. K. Spektrographische Bestimmung von Yttrium und Ytterbium in der Summe der Seltenen Erden 298
Pollack, L. R., siehe Wagner, P. T.
Pollard, F. H., und Hardy, C. J. Gaschromatographische Analyse von Gemischen halogenierter Kohlenwasserstoffe 47. — Siehe auch Heisig, G. B.
Polley, D., und Miller, V. L. Bestimmung von Quecksilberspuren im Urin 453
Pomeranz, Y. Bestimmung von Mineralstoffen und beigemischtem Calciumcarbonat in Mehl 310
Popova, N. M., Platonova, A. F., Zaslavskaja, L. B. und Rybina, M. F. Bestimmung hochdisperser Carbide von Vanadium, Molybdän und Titan 153
Pothmann, C., siehe Niebuhr, J.
Poulie, N. J., siehe Formijne, P.
Powell, siehe Spedding.
Preisler, E., siehe Ziegler, M.
Price, C. A., und Campbell, C. W. Papierchromatographie von Thiolen 230
Přistoupil, T. I., siehe Fričová, V.
Pro, M. J., Nelson, R. A. und Mathers, A. P. Spektrophotometrische Bestimmung von Harnstoff in Whisky 309
Prokofjev, V. K., siehe Moroškina, T. M.
Pschorr, R., Pfaff, J. und Berndt, W. Verseifungszahl 65
Puff, H., siehe Juza, R.
Pungor, E., und Zapp, E. É. Bestimmung kleiner Mengen von Bariumsulfat in silicathaltigem Material 153
Purushottam, D., siehe Srinivasulu, K.

Qayyum, M. A., siehe Ashgar, A. G.
Quagliano, J. V., siehe Lane, T. J.
Quiram, E. R. Lampenmethode zur Bestimmung von Schwefel in Petroleumprodukten 66. — Siehe auch Hale, C. C.

Radej, N. D., siehe Šibalić, S. M.
Rafailoff, R., siehe Bobtelsky, M.
Rall, H. T., siehe Coleman, H. J.
Ramakrishna, V., siehe Murty, G. V. L. N.
Ramsey, L. L. Colorimetrische Bestimmung von Tetrachlorkohlenstoff in behandelten Getreideerzeugnissen 69. — Bestimmung flüchtiger Halogenverbindungen in Getreideprodukten 71. — Siehe auch Conroy, H. W.
Rana, G. M., siehe Ashgar, A. G.
Rao, Bh. S. V. Raghava, siehe Rao, M. Nageswara, sowie Srinivasulu, K.
Rao, M. Nageswara und Rao, Bh. S. V. Raghava, Estimation of Uranium. Part II. A Spectrophotometric Study 356 [Or]
Raths, J., siehe Herrmann, J.
Rauhala, V. T., siehe Sundgren, A.
Raveux, R., und Bové, J. Trennung der Carbonsäuren von C_1 bis C_6 231. — Siehe auch Bové, J.
Ray, N. H. Gaschromatograph 45
Rebelein, H. Bestimmung von Glycerin und Butylenglykol in Wein 308
Recknagel, R. O., und Litteria, M. Bestimmung von α-Ketosteroiden 396
Redfearn, M. W., siehe Cummings, W. G.
Rehm, C., und Higuchi, T. Extrapolationsverfahren für photometrische Titrationen schwacher Basen in verschiedenen Lösungsmitteln 132
Reichelt, J. Nachweis und halbquantitative Bestimmung von Scopolamin in Novopon-Scopolamin- und Morphin-Diolan-Scopolamin-Präparaten 380
Reilly, W. A., siehe Helwig, H. L.
Reimers, F., und Gottlieb, K. R. Nachweis von Sulfat, Barium und Calcium 143. — Siehe auch Zimmermann, J.
Reiser, R., siehe Dieckert, J. W.
Renard, M., siehe Gerlaxhe, S.
Renaud, P. Leuchtreaktion auf Zinn 62
Rendi, R. Bestimmung von Arginin in Eiweißkörpern 390
Reynar, J. M., siehe Ulmer, R. C.
Reynolds, G. F. Bestimmung des als Stannat zu Wasserstoffperoxyd zugesetzten Zinns 372
Řezáč, Z., und Roubal, M. Bestimmung kleiner Mengen Zinn in Wolframsäure und Wolframkonzentraten 445
Rhodes, M. B., Hill, R. M. und Feeney, R. E. Spektrophotometrische Bestimmung von Trypsin und Trypsininhibitoren 391
Rich, C., siehe di Ferrante, N.
Richard, C. Chromometrische Bestimmung des Alkoholgehaltes in Essig und schwach alkoholhaltigen Lebensmitteln 308

Richard, M. J., siehe Fritz, J. S.
Richardson, D., siehe Coleman, H. J.
Richter, J. Photometrische Bestimmung von p-Aminobenzoesäure in Anwesenheit von Novocainhydrochlorid 449
Riedel, K. Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden. 4. Mitteilung: Die Bestimmung des Kupfers 25 [Or]. — Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden. 5. Mitteilung: Die Bestimmung des Eisens 110 [Or]
Rieman III, W., siehe Beukenkamp, J., sowie Lindenbaum, S., und Peters, T. V.
Rijnders, G. W. A., siehe Keulemans, A. I. M.
Riley, C. J., siehe Foreman, J. K.
Ring, Ch. E., siehe Fischer, R. B.
Rochat, J. Blutalkoholbestimmung mit Dichromat 385
Rodbard, J. A., siehe Formijne, P.
Roe, J. H., und Kuether, C. A. Bestimmung von Ascorbinsäure 394
Rogers, L. B., siehe Linde, H. W.
Rohr, O., siehe Anliker, R.
Rolingson, W. R., siehe Engelbrecht, R. M.
Rosell, R. A., siehe Feigl, F.
Rosenberg, H., Ennor, A. H. und Morrison, J. F. Bestimmung von Aminosäuren 389
Rosenthal, H. L., und Cundiff, H. I. Biuretreagens zur Eiweißbestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 391
Roth, F. J. Bestimmung von Quecksilberspuren in biologischem Material 453
Roubal, M., siehe Řezáč, Z.
Rouse, R. D., siehe Adams, F.
Rousselet, F., siehe Girard, M.
Roy, H. E., siehe Greene, S. A.
Rózsa, P., siehe Schulek, E.
Rückert, A., siehe Hahn, I.
Rüedi, W. F., siehe Monnier, D.
Runge, F., Engelbrecht, H.-J. und Franke, H. Bestimmung von organischen Wirkstoffen in Arzneimitteln 78
Rupp, E., und Lehmann, K. Untersuchung von Quecksilber(II)-amidochlorid 79
Rupp, E., Müller, K. und Lemke, O. Untersuchung von Quecksilber(II)-amidochlorid 79
Rusanov, A. K., siehe Poljakov, P. M.
Rutschmann, J. Proportional-Gaszählrohr für $^{14}CO_2$ 226
Rutschmann, J., und Schöniger, W. Analyse von ^{14}C-markierten Verbindungen durch nasse Verbrennung 226
Ruzicka, L., siehe Anliker, R.
Rybina, M. F., siehe Popova, N. M.
Rylich, A. Quecksilbertropfelektrode 55

Saillard, N., Scheibling, G. und Hée, A. Bestimmung des Bleigehaltes von Zirkonmineralien 157
Saito, K., siehe Kimura, K.
Saltikova, A. M., siehe Melamed, Š. G.
Salutsky, M. L., Curtis, M. L., Shaver, K., Elmlinger, A. und Miller, R. A. Bestimmung von Protaktinium durch Gamma-Spektroskopie 142
Samuels, L. T., siehe Nelson, D. H.
Sandell, E. B., siehe Geiger, R. A.
Sanger, F., und Tuppy, H. Capillarmethode zur Untersuchung von Aminosäuren 389
Sano, H., siehe Kimura, K.
Sant, B. R. Jodometrische Bestimmung von Wasserstoffperoxyd 57
Sant, B. R., und Varkey, E. T. Gravimetric Estimation of Bismuth as Bismuthyl Dichromate 425 [Or]. — Determination of Bismuth by Selenious Acid 427 [Or]
Šantavý, F., Zajíček, D. V. und Němečková, A. Bestimmung von Colchicum-Alkaloiden in Herbstzeitlosearten 381
Santiso, Fernandez, M., siehe Montequi, R.
Šaršûnová, M. Komplexometrische Bestimmung von Calcium carbonicum in Schwefelsalben 79. — Bestimmung von Cyanwasserstoff in Bittermandelwasser 79
Sasano, Y., und Higashi, K. Reinigung von rohem Insulin aus dem Walfischpankreas 463
Sass, M., siehe Handelsman, M. B.
Šatenšteijn, A. I., Jakovleva, Je. A., Gladkova, Je. N., Suzdalceva, S. F. und Antipova, N. P. Diphenylmethan zur Isotopenanalyse des Wassers nach dem Tropfenverfahren 360
Šatenšteijn, A. I., und Varšavskij, Ja. M. Isotopenanalyse des Wassers 360

Sauer, K.-H., siehe Fehér, F.
Šauman, Z. Bedingungen zur flammenphotometrischen Bestimmung von Kalium und Natrium in Silicaten 441
Saville, B., siehe Liddell, H. F.
Schaaff, G., siehe Bode, H.
Schaak, W., und Födisch, D. Bestimmung der Kennzahlen des Rohmontanwachses 64
Schaffer, F. L., und Sprecher, J. C. Aufschluß von organischen Verbindungen mit Schwefelsäure zur Stickstoffbestimmung 227
Scharf, R., siehe Lassner, E.
Scheibling, G., siehe Saillard, N.
Schenck, H., Gerdom, K. H. und Schmitz, K.-G. Probenahme von beruhigtem und unberuhigtem flüssigem Stahl für die Sauerstoff- und Wasserstoffbestimmung 439
Schenck, J. R., siehe Philip, J. E.
Scheske, F. A., siehe Washburn, W. H.
Schettler, G., Dietrich, F., Eggstein, M. und Jobst, H. Elektrophorese von Lipoproteidfraktionen 391
Schlag, J., siehe Kridelka, J.-C.
Schlierf, H. Serienmäßige Trennung von Stoffgemischen durch Flüssigkeitschromatographie an Säulen 118 [Or]
Schmidt, G., siehe Teichmann, W.
Schmidt, R., siehe Feldheim, W.
Schmidt, W., siehe Fischer, J.
Schmitz, K.-G., siehe Schenck, H.
Schöniger, W., siehe Rutschmann, J.
Schrenk, W. G., siehe Peurifoy, P. V.
Schricker, G. Farbkennzeichnung von Lebensmitteln durch objektive Farbmessung 306
Schriefers, H., siehe Dirscherl, W.
Schriftman, H., und Kondritzer, A. A. Papierchromatographische Analyse von Atropin und den Hydrolyseprodukten 379
Schuette, H. A., siehe Meiklejohn, R. A.
Schuetz, R. D., siehe Houff, W. M. H.
Schulek, E., und Rózsa, P. Bestimmung von Theophyllin 376
Schumacher, H., siehe Büchi, J.
Schumann, S., siehe Shepherd, M.
Schwabe, K. Polarographische Untersuchungen 220
Schwartz, M. A., Kuramoto, R. und Malspeis, L. Chromatographische Trennung und Analyse von Naphazolin und seinen Hydrolyseprodukten 382
Schwarz, K., siehe Martens, G.
Schwenker, G. Analysenschema zur Identifizierung von Barbitursäuren 79
Sebald, J. F. Korrektur durch sauerstoffhaltige Reagentien bei der Bestimmung des Sauerstoffgehaltes von Wasser 361
Seel, H., siehe Hahn, I.
Seher, A. Bestimmung papierchromatographisch getrennter langkettiger Carbonsäuren 233
Sekera, A., und Kráčmarová, J. Anwendung der Koflerschen Mikromethoden in der Arzneimittelanalyse 373
Senti, F. R., siehe van Etten, C. H.
Serrano, C., siehe Montequi, R.
Serrano-Berges, L. Ringofenverfahren nach Weisz 131
Shain, I., siehe Baumann, F.
Sharp, P. F., siehe Stewart, A. P.
Shaver, K., siehe Salutsky, M. L.
Shepherd, M. Bestimmung von Kohlenoxyd in der Luft 358
Shepherd, M., Schumann, S. und Kilday, M. V. Bestimmung von Kohlenmonoxyd in der Luft 358
Sherratt, J. G. Bestimmung flüchtiger Öle in Abwasser 363
Shetlar, M. R., und Masters, Y. F. Bestimmung von Zucker in Gegenwart von Protein und anderem biologischem Material 457
Shibuya, K., siehe Takei, S.
Shigemoto, M., siehe Fukushima, S.
Short, F. R., siehe Fairing, J. D.
Shrader, S. A., Beshetoor, A. W. und Stenger, V. A. Bestimmung von anorganischem Bromid 71. — Siehe auch Mapes, D. A.
Šibalić, S. M., und Radej, N. D. Quantitative Bestimmung von Aminosäuren in Proteinhydrolysaten 388
Simakov, V. N. Bestimmung von Humus 365
Simon, V., siehe Doležal, J.
Simpson, M., siehe Stuart, W. A.
Simpson, R. E., siehe Yarbro, C. L.
Singer, B., siehe Fraenkel-Conrat, H.
Singh, E. J., und Dey, A. K. Chromatographic Study of Metal Ammines 290 [Or]. — Chromatographic Study of Anionic Complexes. Part 1. Complex Cuprioxalate 332 [Or].
Šípal, Z., siehe Jindra, A.
Sjøquist, J. Reagens zur Bestimmung von Aminosäuren 389

Skalický, L., siehe Latinák, J.
Škodin, A. M., Karkuzaki, L. I. und Chimenko, M. T. Säure-Base-Titration in Essig-Ameisensäure-Gemischen 222
van Slyke, D. D., und Folch, J. Nasse Verbrennung von organischen Substanzen 454
Smales, A. A., Mapper, D. und Wood, A. J. Bestimmung kleiner Mengen verschiedener Metalle in Gesteinen, Sedimenten und Meteoriten 444
Šmelev, B. A. Fraktionierte Bestimmung von Wasserstoff in Stählen 438
Smit, G. B., siehe Janssen, C.
Smith, G. W., und Moore, F. L. Abtrennung des Cers aus Spaltprodukten 62
Smith, H. M., siehe Coleman, H. J.
Smith, S. W., und Taylor, J. K. Polarographische Mikrobestimmung von Jodiden neben Chlorid und Bromid 55
Smith, T. D., siehe Foreman, J. K.
Snyder, R. E., siehe Maranowski, N. C.
Söderström, K. Spektrophotometrische Bestimmung von Dihydroxypropyltheophyllin 377
Sörbo, B. Colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen Thiosulfat 142
Sogani, N. C., und Bhattacharyya, S. C. Neues Reagens zur photometrischen Palladiumbestimmung 147
Sokolova, Z. S., siehe Drinberg, A. Ja.
Soliman, A., siehe Flaschka, H.
Sommer, L. Bestimmung von Titan in legierten Stählen 439. — Siehe auch Okáč, A.
Songina, O. A., siehe Vojlošnikova, A. P.
Souček, M., siehe Jureček, M.
Spacu, P., und Gheorghiu, C. Eine mikrogravimetrische Methode für die Bestimmung des Molybdäns allein und in Gegenwart anderer Elemente 209. [Or]
Spacu, P., und Teodorescu, G. Maßanalytische Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid 450
Specker, H., und Hartkamp, H. Chemische Vorbereitungen zur spektrochemischen und photometrischen Spurenanalyse 215
Specker, H., Jackwerth, E. und Hartkamp, H. Vergleichende Untersuchungen zur Genauigkeit photometrischer und chemischer Analysenverfahren 165 [Or]
Spedding, Powell und Whellwright. Trennung der Seltenen Erden mit Hilfe von Ionenaustauschern 62
Spickett, R. G. W. Chromatographische Trennung der Bestandteile von Pyrethrumextrakt 374
Sporek, K. F. Bestimmung des Wassergehaltes von Dieldrin und Aldrin 77
Spratt, D. A., siehe Kitchener, J. A.
Sprecher, J. C., siehe Schaffer, F. L.
Springer, R. Trennung der Bestandteile von Salbenzubereitungen 373
Springer, R., und Herzinger, R. Untersuchung von Salbengrundlagen 373
Spurný, K., und Vondráček, V. Bestimmung von Aerosolen mit Hilfe von Membranultrafiltern 358
Srinivasulu, K., Purushottam, D. und Rao, Bh. S. V. Raghava Haematein as a Reagent for Thorium, Zirconium and Uranium 406 [Or]
Srpová, B., siehe Jureček, M.
Standen, H., siehe Armstrong, G. sowie Bradbury, F. R.
Stark, J. B., siehe Goodban, A. E.
Stark, W., siehe Forss, D. A.
Stein, W. H., siehe Moore, S.
Steiner, M., und Maas, E. Nachweis und Trennung von Zuckeralkoholen in Pflanzenpreßsäften- und Auszügen 366
Stenger, V. A., siehe Shrader, S. A.
Sternburg, J., und Kearns, C. W. Trennung von Benzolhexachlorid und Pentachlorcyclohexen 76
Stevens, A. N., und Wilson, D. T. Fällungsmittel für Theophyllin 375
Stewart, A. P., und Sharp, P. F. Bestimmung von Vitamin C in der Milch 317
Stone, S., siehe Witter, R. F.
Stoner, G. A., und Finston, H. L. Bestimmung von Mikromengen Uran neben Überschüssen von Wismut 304
Strelnikova, N. P. Bestimmung kleiner Zinkmengen in Erzen und Metallen mit hohem Eisengehalt 156
Stringer, R. F., siehe Hale, C. C.
Stuart, W. A., Simpson, M. und Hardwick, W. H. Bestimmung von Lithium, Natrium und Kalium 295
Stühlen, F., und Horn, H. Bestimmung von Nylon 446

Sudô, E. Bestimmung von Metallen durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln 224
Sugár, É., siehe Szekeres, L.
Sullivan, M. X., siehe McCarthy, T. E.
Sunderman, F. W., siehe Sunderman, jr., F. W.
Sunderman jr., F. W., und Sunderman, F. W. Klinische Anwendung der Papierelektrophorese von Proteinen 392
Sundgren, A., und Rauhala, V. T. Bestimmung der funktionellen Gruppen in Erd-(Mineral-)Wachsen 65
Suter, H., siehe Hadorn, H.
Suzdalceva, S. F., siehe Šatenšteinjn, A. I.
Swanberg, F., siehe Miller, V. L.
Swift, E. H., siehe Butler, E. A.
Szabadváry, F., siehe Erdey, L.
Szebellédy, L., und Bártfay, M. Mangannachweis mit Perjodatlösung und Paraphenetidin 135
Szejtli, J., siehe Holló, J.
Szekeres, L., und Bakács-Polgár, E. Schnellbestimmung von Alkalihydrogencarbonaten in Gegenwart von Alkalicarbonaten mit einem Fällungsverfahren 414 [Or]
Szekeres, L., Sugár, E. und Pap, É. Bemerkungen zu bromatometrischen Messungen. I. Über die bromatometrische Bestimmung von Verbindungen des Arsens(III) und des Antimons(III) 418 [Or]. — Siehe auch Molnár, L. G.

Tabachnick, I. I. A. Spektrophotometrische Bestimmung der gereinigten Cholinesterase 400
Täufel, K. Peroxyd-Test bei der statischen und dynamischen Fettanalyse 310
Tait, Ch. W., siehe Cordes, H. F.
Takagi, T., siehe Kiba, T.
Takei, S., und Shibuya, K. Synthese von Dithizonderivaten und deren Anwendung in der analytischen Chemie 131. — Siehe auch Kato, T.
Tamura, Z., und Kawahara, K. Leuchtreaktion auf Zinn 62
Tanaka, T. Maskierung von Cd, Zn, Ni, Co, Cr und In mit Sulfosalicylsäure 224. — Maskierung von Mangan(II), Magnesium und Kupfer(II) mit Sulfosalicylsäure 224. — Siehe auch Ishibashi, M.
Tandon, J. P., und Mehrotra, R. C. Studies in Bivalent Chronium Salts. Part III. Standardisation of Chromous Sulphate Solution against Common Oxidising Agents 353 [Or]. — Studies in Bivalent Chromium Salts. Part IV. Determination of Persulphate, Hydrogen Peroxyde and Dissolved Oxygen in Water 422 [Or]
Taras, M. Brillantgelb zur Bestimmung von Magnesium 365
Taylor, J. K., siehe Smith, S. W.
Teichmann, W., und Schmidt, G. Anwendung eines neuen Plastes in der Papierelektrophorese 219
Teodorescu, G., siehe Spacu, P.
Thieme, J. G., siehe Kaufmann, H. P.
Thomason, P. F., siehe Horton, A. D.
Thomis, G. N., und Kotionis, A. Z. Eignung von Indicatorsäuren als Reagentien auf Alkaloide 374
Thompson, C. J., siehe Coleman, H. J.
Thompson, S. Y., siehe Kon, S. K.
Tišler, M., siehe Bratina, A.
Tjurin, I. V. Bestimmung von Humus 365
Toribara, T. Y., Dewey, P. A. und Warner, H. Flammenphotometrische Calciumbestimmung in biologischem Material 452
Tornyos, M., siehe Kőszegi, D.
Troutner, V. H., siehe Groot, C.
Truffert, L. Französische Methode zur Blutalkoholbestimmung 385. — Siehe auch Moureu, H.
Truitt, E. B., Carr, C. J. und Bubert, H. M. Spektrophotometrische Bestimmung von Theophyllin 376
Tuppy, H., siehe Sanger, F.

Uljanova, I. A., siehe Bljum, I. A.
Ulmer, R. C., Reynar, J. M. und Decker, J. M. Jodometrische Bestimmung von Sauerstoff in Wasser 361
Uriel, J., und Grabar, P. Färbung von Albuminen mit Amidoschwarz 457
Usatenko, Ju. I., und Vitkina, M. A. Amperometrische Titration von Blei in Oxalatlösungen 300

Valseth, A., siehe Wickström, A.
Varga, E., siehe Vastagh, G.
Varkey, E. T., siehe Sant, B. R.
Varšavskij, Ja. M., siehe Šatenšteijn, A. I.

Vastagh, G., und Varga, E. Bromatometrische Bestimmung von Methionin und Cystin in pharmazeutischen Produkten 448
Vaughan, H. W., siehe Arthur, P.
Verain, A., siehe Chechan, C.
Vietti-Michelina, M., und Pilleri, R. Bestimmung von Atophan durch Fällung mit Molybdänsäure 80
Viscontini, M., Bonetti, G., Ebnöther, C. und Karrer, P. Trennung von Thiaminphosphaten 319
Viswanathan, A., und Gireesan, S. Verbesserung des jodometrischen Endpunktes in Gegenwart von Chrom(III) 133
Viswanathan, T. S., siehe Murty, G. V. L. N.
Vitkina, M. A., siehe Usatenko, Ju. I.
Vodehnal, J., siehe Kössler, I.
Vogel, A. I., siehe Ellis, C. M.
Vojlošnikova, A. P., Kozlovskij, M. T. und Songina, O. A. Amperometrische Bestimmung von Zink und Kupfer 59
Volbert, F., siehe Kaufmann, H. P.
Vondráček, V., siehe Spurný, K.
van Voorst, F. Th. Analyse von Fetten aus Schokoladeerzeugnissen 316

Wadelin, C. W. Amperometrische Bestimmung von Ozon und anderen Oxydantien in der Luft 359
Wagner, P. T., Pollack, L. R. und Donahoe jr., C. G. Bestimmung der totalen absoluten Aktivität von kleinen radioaktiven Präparaten auf Filterpapier 136
Wagner, W., siehe Buchanan jr., E. B.
Wain, A. G., Brown, P. G. M. und Fletcher, J. M. Trennung der Nitrato-Komplexe von Nitrosyl-Ruthenium 147
Wallisch, W. Titration mit polarisierten Platinelektroden 56
Warner, H., siehe Toribara, T. Y.
Washburn, W. H., und Scheske, F. A. Spurenbestimmung von Chlorvinyläthyl-keton in Carbinol durch IR-Differentialanalyse 449
Watanabe, S., siehe Yamagata, N.
Waterbury, G. R., siehe Bricker, C. E.
Watson, C. C., siehe McDonald, I. R. C.
Webb, W. H., siehe Meloche, V. W.
Wegener, D., siehe Frey, A.
Weigel, W. Schnellbestimmung der Serumlipoide 398
Weil-Malherbe, H., und Bone, A. Bestimmung von Adrenalin 462
Weiser, jr., H. J. Analyse von technischem Natriumphosphat 369
Weiss, F. T., siehe Eggertsen, F. T.
Weisz, H. Ringofenverfahren 131. — Ringofentechnik zur Bestimmung der Verunreinigungen des Filterpapiers 131
Wendland, W., und Lohmann, K. Bestimmung der neutralen und phenolischen Harn-Steroide mit Pyridin und m-Dinitrobenzol 398
Wendlandt, W. W. Thermolyse analytisch verwendeter Metallsalzniederschläge 302. — Gravimetrische Bestimmung von Thallium 299
Wenzel, W. Bestimmung von Phosphatidphosphorsäure in Pflanzensubstanzen 367. — Bestimmung von „Phytin"-Eiweiß- und anorganischer Phosphorsäure in Pflanzensubstanz 367
Whatmough, P. Gaschromatograph zur Bestimmung von Wasserstoff und Methan in Grubenluft 216
Wheatley, V. R. Bestimmung von Arginin in Eiweißstoffen 390
Whellwright, siehe Spedding
Whyman, B. H. F., siehe Desty, D. H.
Wickström, A., und Valseth, A. Bestimmung von Dihydroxytheophyllin mit Perjodsäure 377
Wiebe, R., siehe Blessin, C. W.
Wieland, Th., und Kracht, W. Trennung mehrkerniger Aromaten 237
Wieland, Th., und Pfleiderer, G. Anwendungen der Hochspannungselektrophorese 52
Wiggans, D. S., siehe Burr jr., W. W.
Willard, H. H., und Fenwick, F. Potentiometrische Bestimmung von Sulfid in Schwarzlaugen 73
Willemart, R. Polarimetrische Bestimmung von Cystein 390
Williams, D. C., siehe Butt, W. R.
Wilson, D. T., siehe Stevens, A. N.
Wilson, W. J. Zinkbestimmung in Holzimprägnierungs-Lösungen 372
Winkler, L. W. Jodzahlbestimmung 316
Witt, H., siehe Juza, R.
Witter, R. F., und Stone, S. Tüpfelprobe für 3-Hydroxyd Δ_5-steroide 395

Witzmann, H., und Müller-Buschbaum, H. K. Hochreinigung von Borsäure durch Ionenaustauscher, in Sonderheit zur Darstellung von Boratluminophoren 348 [Or]
Wjachenberg, B. L., siehe Hoxter, G.
Wolf, H., siehe Zahn, H.
Wolff, H. L., siehe Piez, K. A.
Wollemann, B., siehe Zahn, H.
Wood, A. J., siehe Smales, A. A.
Wurziger, J. Nachweis von raffiniertem Schmalz in raffiniertem „white grease" 313
Wyld, G. E. A., siehe Bruss, D. B.
Wynne, A. M., siehe Freed, M.

Yamagata, N., Muto, S., Yamagata, T. und Watanabe, S. Bestimmung anorganischer Elemente in pflanzlichem Gewebe 366
Yamagata, T., siehe Yamagata, N.
Yarbro, C. L., und Simpson, R. E. Bestimmung des Gesamtoxalatgehaltes von Urin 385
Yeadon, D. A., siehe Brown, M.
Yoshida, S. Analyse von Natriumsulfid 371
Yoshimura, Y., siehe Kiba, T.
Yutzy, H., siehe Kolthoff, I. M.

Zahn, H., und Wolf, H. Bestimmung von Nylon 446
Zahn, H., und Wollemann, B. Bestimmung von Nylon 446
Zahn, V. Lampenmethode zur Bestimmung von Schwefel in Petroleumprodukten 66
Zajíček, D. V., siehe Šantavý, F.
Zaslavskaja, L. B., siehe Popova, N. M.
Zechner, S. Tüpfelnachweis für fünfwertigen Phosphor mit gelbem Chinolinmolybdophosphat 141. — Siehe auch Fernlund, U.
Zergényi-Baláfalvy, M., siehe Molnár, L. G.
Ziegler, M., Glemser, O. und Petri, N. Photometrische Bestimmung von Eisen 145, 146
Ziegler, M., Glemser, O., und Preisler, E. Bestimmung von Eisen 146
Zijlstra, W. G., siehe Handelé, M. J., sowie Muller, C. J.
Zimmermann, J., Krogh-Svendsen, E. und Reimers, F. Nachweis von Sulfat, Barium und Calcium 143
Zweig, G., und Hood, S. L. Mikroentsalzer für qualitative Papierchromatographie von Aminosäuren 218
Zýka, J., siehe Doležal, J. sowie Michal, J.
Zykova, S. K., siehe Jakubčik, A. I.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abgase, Bestimmung von cancerogenen Kohlenwasserstoffen 464
Abkühlungskurven zur Bestimmung des Reinheitsgrades organischer Substanzen 129
Absorptionsmessungen an gefärbten und ungefärbten Chromatographierpapieren 217
Abwasser, Bestimmung des Permanganatverbrauches 148; von Sauerstoff 362; von nicht flüchtigen Substanzen (Kohlenwasserstoffen) 363; von Alkylbenzolsulfonatreinigungsmitteln 363
Acetaldehyd, Bestimmung in Gasen und Dämpfen 360
Acetatpuffer bei der Elektrophorese von Blutserum 382
Aceton, analytische Anwendungsmöglichkeiten der Reaktion mit Quecksilberchlorid 57; gaschromatographische Untersuchung von Zersetzungsprodukten 216
Acetonlösliches, Bestimmung in Rohmontanwachs 64
Acetylen, gaschromatographische Bestimmung 45; Einfluß auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen in der Gaschromatographie 45
Aconitsäure, verteilungschromatographische Bestimmung 232
Adipinsäure, Hochfrequenztitration 56
Adrenalin, Bestimmung 393; in der Nebenniere nach Insulingabe 394; fluorimetrische Bestimmung in peripherem Venenplasma 462
Äpfelsäure, Bestimmung in Pflanzenmaterial 72

Aerosole, Bestimmung mit Hilfe von Membranultrafiltern 348
Äthan, gaschromatographische Bestimmung 45; in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216
Äthanolamin, Bestimmung 460
Äthanthiol, Bestimmung 68
Äthylbenzol, infrarotspektroskopische Analyse eines technischen Äthylbenzols 43
Äthylen, gaschromatographische Bestimmung 45; in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216
Äthylendiamin, polarographische Bestimmung 303
Äthylendiamintetraacetat, für thermochemische Titrationen 129; zur photometrischen Bestimmung von Silber 58; Seltener Erden an Ionenaustauschern 62; von Eiweiß in der Cerebrospinalflüssigkeit 391
Äthylendibromid, Bestimmung in Getreideprodukten 70; Bestimmung des Gesamtbroms 71
Äthylendichlorid, Bestimmung in Getreideprodukten 70
Äthylenglykol, Bestimmung in gebrauchten Frostschutzmitteln 371; Bestimmung von Glykolsäure 371
Aktivkohle, gaschromatographische Untersuchung der Reaktionsprodukte mit Luft 216
Alanin, papierchromatographische Isolierung 48; Bestimmung 388; Bestimmung in Kartoffelsaft 387
Albinoratten, siehe Ratten
Albuminbestandteile, Trennung der Ovalbuminbestandteile 457
Albumine, papierelektrophoretische Trennung 383
Aldehyde, Bestimmung in Gasen und Dämpfen 360; Bestimmung von C_{14}-Aldehyd 452
Aldosen, Bestimmung 237
Aldrin, Abtrennung 76; Bestimmung von Wasser 77
Alkalicarbonate, Bestimmung von Alkalihydrogencarbonaten neben Alkalicarbonaten 414
Alkalien, flammenphotometrische Bestimmung 295
Alkalihydrogencarbonate, Bestimmung neben Alkalicarbonaten 414
Alkalihydroxydlösung, Titerstellung 57
Alkalihypochlorit, Unterscheidung von Chloramin T 335
Alkalimetalle papierchromatographische Bestimmung 49; Bestimmung in Mineralien 50
Alkaloide, Verwendung von Indicatorsäuren als Reagentien zur Bestimmung 374; mikrochemischer Nachweis weniger bekannter Alkaloide 375; Bestimmung 78
Alkansulfide, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Alk-2,4-Dienale, papierchromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 231
Alkene, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Alkohol, chromometrische Bestimmung in Essig und alkoholhaltigen Lebensmitteln 308; Bestimmung im Blut 385; nach der französischen Methode 385
Alkohole, Mikronachweis und -bestimmung aliphatischer sekundärer und tertiärer Alkohole 228; Trennung und Identifizierung höherer Alkohole 309
Alkoholgemische, Trennung von Fettsäuregemischen 229
Alkoholhaltige Lebensmittel, Bestimmung von Alkohol 308
Allohydroxyprolin, Bestimmung 235
Allylcycloheptenyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Allylcyclopentenyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Allylisobutyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Allylisopropyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Aluminium, Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 223; Fällung mit Arsinsäuren 130; Nachweis mit Hydroxytriphenylmethanfarbstoffen 61; mit Sprühreagens 217; papierchromatographische Bestimmung 49; Abtrennung 51; R_f-Wert 50; Bestimmung mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; Abtrennung von Spuren 216; Trennung von Phosphat 61; Bestimmung in eisenhaltigen Industriewässern 150; mit Stilbazo in Stahl und Gußeisen 152; Nachweis in Silicaten 61; Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366; Einfluß auf die Härtebestimmung in Wasser 149; auf die Titanbestimmung 127; auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von Kupfer neben Aluminium 31; von Beryllium neben Aluminium 207; von Zirkonium neben Aluminium 247; von Thorium neben Aluminium 245;

Fällung von Phosphor neben Aluminium 267; siehe auch Reinaluminium
Aluminiumchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Aluminiumchlorid 210
Aluminiumlegierungen, papierchromatographische Analyse 50; Bestimmung von Cu, Ni und Mn 436
Aluminiumnitrat, Bestimmung von Molybdän neben Aluminiumnitrat 210
Aluminiumoxyd, Nachweis neben anderen farblosen Metalloxyden 61
Ameisensäure, gaschromatographische Abtrennung und Identifizierung 47; arsenometrische Bestimmung 161; Bestimmung in technischen Produkten 74
Ameisensäure-Essigsäure-Gemische, Lösungsmittel für Säure-Base-Titrationen 222
Amine, p-Dimethylaminobenzaldehyd als Reagens auf aromatische Amine 113; papierelektrophoretische Bestimmung 52; Papierelektrophorese aromatischer Amine 52; Titration aliphatischer und aromatischer Amine an polarisierten Platinelektroden 56; Bestimmung mit Hilfe stabilisierter Diazoniumionen 238
Aminkomplexe verschiedener Metalle, chromatographisches Verhalten 291
p-Aminobenzoesäure, Bestimmung in Anwesenheit von Novocainhydrochlorid 449
Aminobenzoesäuren, Charakterisierung 116
p-Aminodiphenylamin, Charakterisierung 116
Aminogruppen, Bestimmung von Verbindungen mit Aminogruppen durch Chromatographie an Glaspapier 460
p-Aminohippursäure, Charakterisierung 116
4-Amino-6-hydroxylisophthalsäure, Bestimmung in PAS-Na 449
m-Aminophenol, Bestimmung in PAS-Na 449
Aminophenole, Charakterisierung 116
Aminopolysaccharide, Bestimmung in Harn 460
Aminosäuren, Nachweis auf gefärbten und ungefärbten Chromatographierpapieren 217; Vergleich der Flecken bei verschiedenen Konzentrationen 387; Mikroentsalzer für die papierchromatographische Untersuchung 218; papierelektrophoretische Bestimmung 52; papierchromatoelektrophoretische Trennung 388; Trennung nichtbasischer Aminosäuren an Ionenaustauschern 387; Bestimmung in Kartoffelsaft 386; in Proteinhydrolysaten 388
p-aminosalicylsaures Natrium, Bestimmung der Verunreinigungen von 4-Amino-6-hydroxyisophthalsäure und m-Aminophenol 449
Aminoverbindungen, gasmanometrische Bestimmung der Dinitrophenylderivate 455
Ammoniak, polarographische Bestimmung 303; Wasserdampfdestillation aus Bodenextrakten 339; Bestimmung von Resten in Phenol-Formaldehydharzen 73
Ammonium, Nachweis mit Sprühreagens 217; Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit Phenylglycin-p-carbonsäure 243; auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 345
Ammoniumacetat, Einfluß auf die Fällung von Zirkonium mit Phenylglycincarbonsäure 246
Ammoniummolybdat, Störung beim Nachweis von Zinn 62
Ammoniumoxalat, Störung bei dem Nachweis von Zinn 62
Ammoniumvanadat, Bestimmung von Molybdän neben Ammoniumvanadat 210
Ammoniumverbindungen, chromatographische Trennung quarternärer Ammoniumverbindungen 460
Anabasin, elektrophoretisches Verhalten 378
Anästhesin, Charakterisierung 116
Analyse, Statistik in der chemischen Analyse 81; vergleichende Untersuchungen zur Genauigkeit von Verfahren 165; Verwendung organischer Reagentien in der anorganischen Analyse 241; 2,4-Hydroxy-5-chloroacetophenon als Reagens in der anorganischen Analyse 293; chronopotentiometrische Analyse in geschmolzenem Lithiumchlorid-Kaliumchlorid 131; siehe auch Fettanalyse
Analysenverfahren, vergleichende Untersuchungen der Genauigkeit 165
Anatabin, elektrophoretisches Verhalten 378
Androgene Hormone, Nachweis in einem Ovarialtumor 396
Anilin, Charakterisierung 116; potentiometrische Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 132

Anionen, Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 40
Anionenkomplexe, chromatographische Untersuchung 332
Anisidin, Charakterisierung 116
Anorganische Analyse siehe Analyse
Anserin, Bestimmung in tierischem Gewebe 455
Anthracen, R_f-Wert 464; Abtrennung 237
Anthranilsäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
Anthron zur Blutzuckerbestimmung 458
Antihistamine, Bestimmung 78
Antimon, Nachweis mit Sprühreagens 217; maßanalytische Bestimmung von Antimon(III) 303; polarographische Bestimmung 221; Abtrennung von Spuren 216; papierchromatographische Abtrennung 51; elektrophoretische Abtrennung 289; Bestimmung in Titan, Zirkonium, Tantal und Niob 300; in Calaminerzen 443; Entfernung bei der Thalliumbestimmung in Erzen 157; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Molybdänbestimmung 211; Einfluß auf den Nachweis von Eisen in Legierungen 305
Antimon(III), bromatometrische Bestimmung 418
Antioxydantien, Bestimmung in Benzin 54
Antipyrin, Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 133
Apatitgemische, Infrarotanalyse 158
Arginin, Bestimmung 389; in Eiweißkörpern 390; in Proteinhydrolysaten 389
Argon, Einfluß auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen in der Gaschromatographie 45
Arnikawurzel, Bestimmung von Gerbstoffen 374
Aromaten, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67; Trennung mehrkerniger Aromaten 237
Aromatische Amine, siehe Amine
Arsanilsäurediazoniumion, Verwendung des Zirkoniumsalzes zur Bestimmung von Phenolen und Aminen 238
Arsen, Nachweis im Gang der qualitativen Analyse 141; Nachweis mit Sprühreagens 217; Nachweis von fünfwertigem Arsen mit Thioacetamid 141; papierchromatographischer Spurennachweis 49; gemeinsame Bestimmung mit Phosphor 97; papierchromatographische Abtrennung 51; elektrophoretische Abtrennung 289; Abtrennung von Spuren 216; Abtrennung aus technischen Produkten 95; photometrische Halbmikrobestimmung in Stahl und technischen Produkten 95; Bestimmung in Calaminerzen 443; von Spuren in Erdöldestillaten 66; Entfernung der Störung bei der Bestimmung von Phosphor in Stahl 15; Bestimmung von Kupfer neben Arsen 31
Arsen(III), bromatometrische Bestimmung 418
Arsenat, spektralphotometrische Bestimmung neben anderen Ionen 142
Arsenometrische Bestimmungen 161
Arsoniumsalze zum Nachweis von Ir, Pd und Pt 401
Arzneimittel, Bestimmung organischer Wirkstoffe 78
Arzneimittelanalyse, Verwendung der Koflermethoden 373
Arzneistoffe, Bestimmung in Salbengrundlagen 373
Asche, Bestimmung in Rohmontanwachs 64
Ascorbinsäure, Bestimmung 393; in der Nebenniere nach Insulingaben 394; in Urin 463
Asparaginsäure, Bestimmung 388; in Kartoffelsaft 387
Atmosphäre, Bestimmung von Toluol-2,4-diisocyanat 359
Atophan, Bestimmung durch Fällung mit Molybdänsäure 80
Atropin, Farbreaktion 375; papierchromatographische Analyse 379; Reinheitsprüfung 378
Aurintricarbonsäure, Nachweis 61
Azelainsäure, Hochfrequenztitration 56
Azobenzol, Titration mit Vanadium(II)-salzlösungen 134
Azofarbstoffe bei der Bestimmung von Essigsäureanhydrid und ähnlichen Verbindungen 234

Baikiain, Bestimmung 235
Barbitursäuren, Analysenschema zur Identifizierung 79
Barium, Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Nachweis 143; mit Sprühreagens 217; indirekte photometrische Bestimmung nach Fällung als Chromat 202; Bestimmung durch Rücktitration mit Quecksilber(II)-nitrat 410; Abtrennung von Spuren 216; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Bestimmung von Zirkonium neben Barium 247; von Thorium neben Barium 245

Bariumchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Bariumchlorid 210
Bariumsulfat, flammenphotometrische Bestimmung in silicathaltigem Material 153
Basen, Extrapolationsverfahren für photometrische Titrationen 132
Bathocuproin(2,9-Dimethyl-4,7-diphenyl-1,10-phenanthrolin), bei der Bestimmung von Kupferspuren in Papier und Papierprodukten 446
Benactyzin, Bestimmung 450
Benzanthracen, R_f-Wert 464; Abtrennung 237
Benzidin, Charakterisierung 116
Benzil, polarographische Bestimmung 221
Benzin, Bestimmung der Antioxydantien 54
Benzoesäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302; potentiometrische Neutralisations-Titration in Methylisobutylketon 130
Benzolhexachlorid, Bestimmung in Anwesenheit größerer Mengen Pentachlorcyclohexen 76
Benzolunlösliches, Bestimmung in Rohmontanwachs 64
Benzpyren, R_f-Wert 464; Abtrennung 237
Bernsteinsäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Abtrennung und Bestimmung 232; Bestimmung in technischen Produkten 74
Beryll, Bestimmung von Beryllium 442
Beryllium, Fällung mit Arsinsäuren 130; neue mikrogewichtsanalytische Bestimmungsmethode 205; Bestimmung in Gegenwart von Eisen, Aluminium und Magnesium 207; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Legierungen und Konzentraten durch radiometrische Titration 435; in Beryll 442; Einfluß auf die Titanbestimmung 127; Störung bei der Molybdänbestimmung 211; Einfluß auf die Uranbestimmung 357; Bestimmung von Kupfer neben Beryllium 31; von Zirkonium neben Beryllium 247; von Thorium neben Beryllium 245
Berylliumerze, Analyse 155
Berylliumsalze, Reaktion mit Salicylsäure 297
Betriebskontrolle der Molkerei, Bestimmung der Vitamine 317
Biologisches Material, flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 452; Bestimmung von Ca und Mg 453; von Quecksilber 453; von Cyanid 383; von Zucker in biologischem Material 457; verschiedener Zucker 459; von Fructose 459; von Atropin, Tropin und Tropasäure 379; von despezifiertem Rinderserum 383
Bittermandelwasser, Bestimmung von Cyanwasserstoff 79
Biuretreagens, zur Eiweißbestimmung in Cerebrospinalflüssigkeit 391
Blei, Fällung mit Arsinsäuren 130; Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; mit Natriumrhodizonat 296; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; polarographische Untersuchung 54; polarographische Bestimmung 221; Bestimmung mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; amperometrische Titration in Oxalatlösungen 300; heterometrische Mikrobestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 62; Bestimmung durch Rücktitration mit Quecksilber(II)nitrat 410; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Wein 307; in Titan, Zirkonium, Tantal und Niob 300; kleiner Gehalte in Chrommetall und Chromoxyd 151; in Calaminerzen 443; in Zirkonmineralien 157; in Flugstaub 435; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; auf den Eisennachweis in Legierungen 305; Bestimmung von Mikromengen Natrium 437; von Kupfer neben Blei 31; von Zirkonium neben Blei 247; von Thorium neben Blei 245; von Wismut durch extraktive Abtrennung mit Thionalid 197
Bleiacetat, Bestimmung an polarisierten Platinelektroden 56
Bleifluorchlorid zur Bestimmung von Fluor in Silicaten 155
Bleiraffination, Analyse von Elektrolytbädern 301
Blut, Bestimmung von ^{14}C und ^{35}S 454; von Kohlenoxyd 383; von Alkohol 385; nach der französischen Methode 385; Bestimmung verschiedener Zucker 237; von Zucker mit Anthron 458; von D-Glucose 458
Blutkörperchen, Bestimmung von Fettsäuren 48, siehe auch Erythrocyten

Blutserum, Elektrophorese in Acetatpuffern 382
Blutspender, Bestimmung von Hämoglobin und Eiweiß 399
Boden, Bestimmung von Magnesium 365; von Sulfaten 365
Bodenextrakte, Wasserdampfdestillation von Ammoniak 339
Bor, Nachweis mit Brenzcatechinviolett 60; Bestimmung geringer Mengen 60
Boratluminophore, Hochreinigung der Borsäure zur Darstellung von Boratluminophoren 348
Borsäure, Hochreinigung durch Ionenaustauscher 348; elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275
Brenzcatechin, polarographische Bestimmung 54
Brenzcatechinviolett zum Nachweis von Bor, Germanium, Niob und Tantal 60
Brenztraubensäure, Abtrennung und Bestimmung 232
Brillantgelb, Bestimmung von Magnesium im Boden 365
Brom, gaschromatographische Trennung von Chlor und Jod 45; Bestimmung des Gesamtbroms in Methylbromid und Äthylendibromid 71
Bromat, zur Standardisierung von Chrom(II)-salzlösungen 355; zur Bestimmung von Cer(IV) 283; polarographische Reduktion 305; arsenometrische Bestimmung 161
Bromatometrische Messungen, Bemerkungen 418
Bromid, polarographische Bestimmung 221; Bestimmung von anorganischem Bromid in Getreideprodukten 71; von Jodid neben Bromid 55
Bromoform, gaschromatographische Bestimmung 47
Bronzen, Bestimmung von Beryllium 436
Büretten für Spezialtitrationen 138; Füllvorrichtung für Mikrobüretten 139
Butanol-(2), Bestimmung 228
Butanthiole, Bestimmung 68
1,2,4-Butantricarbonsäure, Bestimmung in technischen Produkten 74
Butene, gaschromatographische Bestimmung in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216
Butterfett, Bestimmung neben Kokosfett 315
Butterserum, Isolierung der Phosphatide 315
n-Butyläthyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Butyl-p-aminophenol, polarographische Bestimmung 54
N-n-Butyl-p-aminophenol, polarographische Bestimmung 54
Butylenglykol, Bestimmung in Wein 308
N,N'-di-sek.-Butyl-p-phenylendiamin, polarographische Bestimmung 54
n-Butyraldehyd, Bestimmung in Gasen und Dämpfen 360

Cadmium, Fällung mit Arsinsäuren 130; mit Isonicotinsäurehydrazid 58; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; Nachweis mit Sprühreagens 217; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; polarographische Bestimmung 221; mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; elektrophoretische Abtrennung 289; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in cyanidhaltigen Elektrolytlösungen 368; in Titan, Zirkonium, Tantal und Niob 300; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Molybdänbestimmung 211; Bestimmung von Kupfer neben Cadmium 31; von Blei neben Cadmium 63; von Zirkonium neben Cadmium 247; von Thorium neben Cadmium 245; von Phosphor neben Cadmium 267
Cadmium(II), chronopotentiometrische Bestimmung 132
Cadmiumamminkomplex, chromatographisches Verhalten 291
Calaminerze, polarographische Analyse auf verschiedene Metalle 443
Calcium, störender Einfluß von Phosphationen und Sulfationen auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 297; Fällung mit Oxaldihydroxamsäure 131; Nachweis 143; mit Sprühreagens 217; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; chelatometrische Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 222; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung bei geringem Magnesiumgehalt 444; Bestimmung in Wasser 362; flammenphotometrische Bestimmung in biologischem Material 452; Bestimmung mit Natriumnaphthalhydroxamat in biologischem Material 453; in pflanzlichem Gewebe 366; im Serum 159; Einfluß auf die Uranbestimmung mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von

Kupfer neben Calcium 31; von Zirkonium neben Calcium 247; von Thorium neben Calcium 245
Calciumcarbid, Bestimmung des Oxydgehaltes 282
Calciumcarbonat, Bestimmung in Mehl 310
Calcium carbonicum, Bestimmung in Schwefelsalben 79
Calciumchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Calciumchlorid 210
Calciummineralien, siehe Mineralien
Calciumoxyd, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 281
Cancerogene Stoffe, papierchromatographische Trennung 464
Capillarküvetten, Aufbau und Verwendung 137
Carbazol, Abtrennung 237
Carbide, Bestimmung hochdisperser Carbide von V, Mo und Ti in Stahl 153; Bestimmung des Oxydgehaltes salzartiger Carbide 277
Carbonat, Bestimmung von Natriumhyponitrit neben Carbonat 139
Carbonsäuren, Trennung und Bestimmung 231; Einzelheiten der papierchromatographischen Trennung von C_1—C_6-Carbonsäuren 232; Bestimmung papierchromatographisch getrennter langkettiger Carbonsäuren 233
Carbonylgruppen, Bestimmung durch Oximierung an polarisierten Platinelektroden 56
Carbonylzahl, Bestimmung von Wachsen 65
Carnosin, Bestimmung in tierischem Gewebe 455
Castorwachs zur Imprägnierung von Graphitelektroden in der Polarographie 54
Cellophanfilme zur Agarelektrophorese von Proteinen 392
Cer, Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; Abtrennung aus Spaltprodukten 62; von Spuren 216; spektrometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 151; spektrographische Bestimmung von Beimengungen 299
Cer(III), Fällung mit Arsinsäuren 130; Bestimmung von Zirkonium neben Cer(III) 247
Cer(IV), Bestimmung mit Jodat und Bromat nach Reduktion 283
Cerebrospinalflüssigkeit, Bestimmung von Eiweiß 391
Ceriterden, Abtrennung von Thorium 244
Cer(IV)-sulfat zur Standardisierung von Chrom(II)-salzlösungen 354
Chemikalienrückstände, Bestimmung in behandelten Getreideprodukten 68
Chinhydron, polarographische Bestimmung 54
Chinidin, Farbreaktion 375
Chinin, Farbreaktion 375
Chinolinmolybdophosphat bei der Bestimmung von fünfwertigem Phosphor 141
Chinon, polarographische Bestimmung 54
Chlor, gaschromatographische Trennung von Brom und Jod 45; Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366
Chloramin T, Unterscheidung von Alkalihypochlorit 335
Chlorbrommethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Chlorhydrine zur Bestimmung von Vitamin A 327
Chlorid, Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 40; Bestimmung von Jodid neben Chlorid 55
Chlorite, polarographische Reduktion 305
α-Chlornaphthalin, Mischung mit Diphenylmethan zur Isotopenanalyse des Wassers 361
Chloroform, Berechnung physikalischer Konstanten 47; gaschromatographische Bestimmung 47
Chloro-trans-zimtsäure, Abtrennung von der Cis-Verbindung 239
p-Chlorphenyl-p-chlorbenzolsulfonat, Bestimmung 75
Chlorvinyl-äthyl-carbinol, Bestimmung von Chlorvinyl-äthyl-keton 449
Chlorvinyl-äthyl-keton, Bestimmung im zugehörigen Carbinol 449
Cholesterin, Bestimmung 391
Cholin, Bestimmung des Gesamtcholins 461
Cholinchlorid, Bestimmung 460
Cholinesterase, spektralphotometrische Bestimmung der gereinigten Cholinesterase 400
Chrom, Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; Nachweis mit Sprühreagens 217; papierchromatographische Abtrennung 51; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Flugstaub 435; Einfluß auf die Titanbestimmung 127; auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von Zirkonium neben Chrom 247; von Thorium neben Chrom 245

Chrom(III), Fällung mit Arsinsäuren 130; Verbesserung des jodometrischen Endpunktes in Gegenwart von Chrom(III) 133
Chrom(VI), polarographische Bestimmung an der rotierenden Gold-Mikroelektrode 54
Chromat bei der photometrischen Mikrobestimmung von Barium 202
Chromatoblock in der Papierchromatographie 51
Chromatographie, Trennung von Stoffgemischen durch Flüssigkeitschromatographie an Säulen 118; Empfindlichkeit von Sprühreagentien 217; Radiofrequenzmethode in konduktometrischer Zelle zur Auswertung von Chromatogrammen 218; Fraktionsschneider 219; siehe auch Gaschromatographie, sowie Papierchromatographie und Säulenchromatographie
Chrome fast pure blue B, Nachweis 61
Chrommetall, spektrographische Bestimmung von Blei 151
Chromotropsäure, zur Bestimmung von Titan in legierten Stählen 439
Chromoxanfarbstoffe, Indicatoren in der Chelatometrie 222
Chromoxyd, spektrographische Bestimmung von Blei 151
Chrom(II)-salze, Studien über die analytische Verwendung 353, 422
Chrom(II)-sulfatlösung, Standardisierung gegen Oxydationsmittel 354
Chronopotentiometrische Analyse, siehe Analyse
Chrysen, Abtrennung 237
Citral, polarographische spektrographische Bestimmung 452
Citronensäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Abtrennung und Bestimmung 232
Citrusfrüchte, Bestimmung von Diphenyl 319
Codein, Farbreaktion 375
Colchicum-Alkaloide, Bestimmung in Herbstzeitlosearten 381
Colorimeter, Vergleichsmessungen 43
Cortex Hamamelidis, Bestimmung von Gerbstoffen 374
Corticosteron, Bestimmung 396
Cortison, Bestimmung 396, 397; chromatographische Abtrennung 395
Cortisonacetat, chromatographische Abtrennung 395
Coulometer, Anwendung des Wasserstoff-Stickstoff-Coulometers 137
Cumarine, papierchromatographische Untersuchung von 12 natürlichen Cumarinen 239
Cyanid, photometrische Titration 300; Bestimmung in biologischem Material 383
Cyanwasserstoff, Bestimmung in Bittermandelwasser 79
Cyclohexane, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Cyclohexanol, Bestimmung 228
Cyclohexenyläthyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Cycloparaffine, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Cyclopentane, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Cystein, Bestimmung 390
Cystin, Bestimmung 388, 389; Bestimmung in pharmazeutischen Produkten 448
Cytidin, Abtrennung des Di- und Triphosphats 319

D 860, analytisches Verhalten 381
Dämpfe, Bestimmung flüchtiger Aldehyde 360
DDA, Nachweis und Abtrennung 76
DDD, Nachweis und Abtrennung 76
DDE, Nachweis und Abtrennung 76
DDT, Nachweis und Abtrennung 76
11-Dehydrocorticosteron, papierchromatographische Untersuchung 52
4,5-Dehydropipecolinsäure, Bestimmung 235
Denigès-Reaktion zur Untersuchung von Barbitursäuren 80
Desoxycorticosteron, Bestimmung 396
11-Desoxycorticosteron, chromatographische Abtrennung 395
Deuterium, Bestimmung bei der Isotopenanalyse des Wassers mit Diphenylmethan 360
Diacetonalkohol, Bestimmung mit Hydroxylaminchlorhydrat an polarisierten Platinelektroden 56
2-Diäthylaminoäthylbenzilat, Bestimmung 450
Diäthylammonium-diäthyldithiocarbaminat und ÄDTA bei der Bestimmung von Kupferspuren in Papier und Papierprodukten 446
Diäthylbarbitursäure, Identifizierung 80
Diäthylchlorophosphonat, Nachweis und Bestimmung 75

Diäthyl-p-nitrophenylthiophosphat, Störung des Nachweises 77
Diallylbarbitursäure, Identifizierung 80
o-Dianisidin, Charakterisierung 116
3,3¹-Dianisol-bis-4,4¹-[3,5-diphenyl]-tetrazoliumchlorid zur Bestimmung von α-Ketosteroiden 396
Diazoniumionen zur Bestimmung von Aminen und Phenolen 238
Dibenzanthracen, R_f-Wert 464
Dibrommethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Dicarbonsäuren, Hochfrequenztitration langkettiger Dicarbonsäuren 56
Dichlor-acetaldehyd, Bestimmung 285
Dichloräthylene, Berechnung physikalischer Konstanten 47; gaschromatographische Bestimmung 47
Dichlorbenzophenone, Nachweis und Abtrennung 76
Dichlordifluormethan, gaschromatographische Bestimmung 45
Dichlordiphenyldichloräthane, Bestimmung 75, 76
4,4′-Dichlordiphenylessigsäure, Nachweis und Abtrennung 76
Dichlordiphenyltrichloräthane, Bestimmung 75, 76
Dichlormethan, Berechnung physikalischer Konstanten 47; gaschromatographische Bestimmung 47
2,4-Dichloro-trans-zimtsäure, Abtrennung von der Cis-Verbindung 239
2,4-Dichlorphenoxyessigsäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
1,2-Dichlortetrafluoräthan, gaschromatographische Bestimmung 45
Dichromat, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 276; zur Bestimmung von Bleiacetat an polarisierten Platinelektroden 56
Dieldrin, Abtrennung 76; Bestimmung von Wasser 77
Differential-Thermoanalysegerät 136
Difluordichlormethan, gaschromatographische Bestimmung 47
„Difo P“ (Plast), Anwendung in der Papierelektrophorese 219
Digitalis purpurea, papierchromatographische Trennung der Glykoside 36
Dihydrocortison, Bestimmung 397
Dihydro-hydrocortison, Bestimmung 397
Dihydroxypropyl-theophyllin, Bestimmung 377
Diisopropylmethylphosphonat, Nachweis und Bestimmung 75
p-Dimethylaminobenzaldehyd als Reagens auf aromatische Amine 113
Dimethylbenzanthracen, R_f-Wert 464
2,3-Dimethylbutanol-(2), Bestimmung 228
p,p′-Dimethyldithizon in der analytischen Chemie 131
1,1-Dimethylhydrazin, Bestimmung von Wasser 373
2,3-Dimethylpentanol-(3), Bestimmung 228
Dimethylphenylcarbinol, Bestimmung 229
3,3-Dimethyl-2-thiabutan, Bestimmung 68
Dimyristoyllecithin, Bestimmung 460
Dinatriumäthylendiamintetraacetat zur Eiweißbestimmung in Cerebrospinalflüssigkeit 391
Dinitroäthylenglykol, maßanalytische Bestimmung 140
3,5-Dinitrobenzoesäure, Farbreaktion mit 17-Ketosteroiden 396
1,3-Dinitrobenzol, polarographische Bestimmung 221
m-Dinitrobenzol und Pyridin zur Bestimmung der Harn-Steroide 398
Dinitroglykol, maßanalytische Bestimmung 140
Dinitrophenylderivate, gasmanometrische Bestimmung der Derivate von Aminoverbindungen und Phenolen 455
2,4-Dinitrophenylhydrazone der Alk-2,4-dienale, papierchromatographische Trennung 231
Diolan-Morphin-Scopolamin-Präparate, Bestimmung von Scopolamin 380
Diolefine, gaschromatographische Bestimmung von cyclischen Diolefinen in Petroleumfraktionen 67
Dipalmitolyl-L-α-lecithin, R_f-Wert 368
Diphenyl, Bestimmung in Citrusfrüchten 319
Diphenylarsinsäure für Metallfällungen 130
Diphenylhydantoin, Identifizierung 80
Diphenylmethan zur Isotopenanalyse des Wassers mit Hilfe des Tropfenverfahrens 360; Mischung mit α-Chlornaphthalin zur Isotopenanalyse des Wassers 361
s-Diphenylthioharnstoff zur Bestimmung von Ruthenium 147
Dipropylbarbitursäure, Identifizierung 80
α,α′-Dipyridyl zur Reinigung der Borsäure 351
Disaccharide, Bestimmung in biologischem Material 459
Distearyl-L-α-lecithin, R_f-Wert 368

Dithiollösungen, Beständigkeit wäßriger alkalischer Dithiollösungen 182
Dithizonderivate, Anwendung in der analytischen Chemie und Synthese 131
Divinylpolymere, Bestimmung der Säuren nach der Zersetzung der Ozonide 73
Dodecandicarbonsäure, Hochfrequenztitration 56
Dodecansäure, gaschromatographische Abtrennung und Identifizierung 47
Druckfehlerberichtigung 80
Dysprosium, Bestimmung von Yttrium neben Dysprosium 62

E 605, Verhalten an verschiedenen Adsorbentien mit verschiedenen Solventien 77; Störung des Nachweises 77; Trennung von Sulfonamiden 77
Eierlecithin, Bestimmung 460
Eisen, Fällung mit Arsinsäuren 130; Beeinflussung der elektrolytischen Abscheidung von Spuren 222; Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; mit Natriumrhodizonat 296; von Spuren mit 2,2′-Dipyridyl oder 1,10-Phenanthrolin 305; photometrische Bestimmung 145; spektralphotometrische Bestimmung 146, 305; papierchromatographische Bestimmung 49; papierchromatographische Abtrennung 51; R_f-Wert 50; papierelektrophoretische Abtrennung 289; polarographische Bestimmung 306; mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; Bestimmung durch Extraktion 224; Bestimmung in Nickellegierungen für Oxydkathoden 110; in Calaminerzen 443; in Flugstaub 435; in pflanzlichem Gewebe 366; Entfernung bei der Zinkbestimmung in Holzimprägnierungslösungen 372; Störung bei der Titanbestimmung 126, 127; Fällung von Phosphor in Gegenwart von Eisen 266; Abtrennung bei der Phosphorbestimmung im Stahl 16; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 347; Bestimmung von Kupfer neben Eisen 31; von Beryllium neben Eisen 207; Halbmikrobestimmung von Arsen 95; photometrische Halbmikrobestimmung von Schwefel 102
Eisen(II), elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 276; arsenometrische Bestimmung 161
Eisen(III), Maskierung mit Sulfosalicylsäure 223; colorimetrische Bestimmung mit Oxaldihydroxamsäure 131; Bestimmung von Thorium und Zirkonium neben Eisen(III) 248
Eisenchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Eisenchlorid 210
Eisen(III)-chlorid, Farbreaktionmit 2,4-Hydroxy-5-chloro-acetophenon 294
Eisenverhüttung, Schnellbestimmung von Kalk 153
Eiweiß, Bestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 391; Bestimmung bei Blutspendern 399; Untersuchung von Urin auf Eiweiß 393
Eiweißhydrolysate, Isolierung von Prolin 390
Eiweißphosphorsäure, Bestimmung in Pflanzensubstanz 367
Eiweißstoffe, Hydrolyse zur Bestimmung der Aminosäuren 388; Bestimmung von Arginin 390
Elektroden, mit Wachs imprägnierte Graphitelektroden in der Polarographie 53; Verwendung von Graphitelektroden, die mit Opalwachs oder Castorwachs imprägniert sind 54; Goldelektroden für elektrometrische Titrationen 272; rotierende Goldmikroelektroden zur Bestimmung von Chrom(VI) 54; Titrationen an polarisierten Platinelektroden 56
Elektrolytbäder der Bleiraffination, Analyse 301
Elektrolytlösungen, Bestimmung von Zink und Cadmium in cyanidhaltigen Elektrolytlösungen 368
Elektrometrische Titrationen mit der Goldelektrode 272
Elektrophorese an Agar auf Cellophan- und Polyester-Filmen 392
Elementaranalyse, ^{14}C-markierter Verbindungen durch nasse Verbrennung 226; Druckregler für die Mikro-C-H-Analyse 227; Aufschluß von Substanzen zur Bestimmung von Stickstoff 227; Bestimmung von Stickstoff nach Kjeldahl 227; Hilfseinrichtung zur Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl 228
Emetin, Farbreaktion 375
Endrin, polarographische Bestimmung 78
Enthalpie-Titration, Anwendung 129
Enzyme, papierelektrophoretische Nachweise und Trennungen 52
Ephedrin, Farbreaktion 375
Erbium, spektrophotometrische Bestimmung 299

Erdalkalien, flammenphotometrische Bestimmung 295
Erdöldestillate, Bestimmung von Arsenspuren 66
Erdwachse, Bestimmung der funktionellen Gruppen 65
Eriochromcyanin, Nachweis 61
Erythrocyten, Bestimmung der Phosphatidfraktionen 461; siehe auch Blutkörperchen
Erze, Bestimmung von Zink 156; kleiner Mengen Quecksilber mit Merkupral 321; kleiner Thalliummengen 157; von Tantal 438; von Uran 158; von Mikrogrammengen Fluor 443; siehe auch Calaminerze
Essbach-Methode bei der Untersuchung des Urins auf Eiweiß 393
Essig, Bestimmung des Alkoholgehaltes 308
Essigsäure, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130; elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; an polarisierten Platinelektroden 56; Bestimmung in technischen Produkten 74
Essigsäure-Ameisensäuregemische, Lösungsmittel für Säure-Basetitrationen 222
Essigsäureanhydrid, Bestimmung durch Reaktion mit Nitrit und Umsetzung zum Azofarbstoff 234
Estergruppen, Bestimmung in Polyacryl- und Polymethacrylestern 74
Esterzahl, Bestimmung in Rohmontanwachs 64

Faeces, Bestimmung von Vitamin E 464
Fehler, zufällige Fehler im Rahmen gravimetrischer und titrimetrischer Analysenverfahren 81
Fehlerdiskussion für die Mikrobestimmung von Barium als Chromat 202
Ferroin, Untersuchung des Eisen(II)-orthophenanthrolinkomplexes 179
Fettalkoholsulfonate, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Fettanalyse, Peroxyd-Test bei der statischen und dynamischen Analyse 310
Fette, Untersuchung durch Infrarotspektroskopie 235; Bestimmung in Margarine 314; Analyse aus Schokoladeerzeugnissen 316; Bestimmung in Abwasser 363; Bestimmung kleiner Mengen in Säuren 371
Fettsäuregemische, Trennung von Alkoholgemischen 229
Fettsäuren, quantitative Bestimmung geradkettiger Fettsäuren 233; Trennung und Identifizierung gesättigter und ungesättigter Fettsäuren 47; Identifizierung einzelner Komponenten langkettiger unverzweigter Fettsäuren 234; Bestimmung veresterter Fettsäuren 391; Bestimmung in Salbenzubereitungen 373; mit der Formaldehydreaktion in Lipoiden 398; der Gesamtfettsäuren und der ungesättigten Fettsäuren in Lipoiden 399; gaschromatographische Abtrennung in menschlichem Serum, Kaninchenserum und Blutkörperchen 48
Feuchtigkeit, Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371; siehe auch Wasser
Filterpapier, Bestimmung der Verunreinigungen nach der Ringofentechnik 131; Bestimmung der Aktivität von radioaktiven Präparaten auf Papier 136
Fingerhut, papierchromatographische Trennung der Glykoside des Roten Fingerhutes 36
Flavonabbauprodukte, Identifizierung 451
Flavone, Identifizierung 451
Flüssigkeitschromatographie, siehe Säulenchromatographie
Flugstaub, hygienische Untersuchungen von industriellem Flugstaub 435; röntgenspektrometrische Bestimmung von Schwermetallen 435; siehe auch Staub
Fluor, Bestimmung in Erzen, Schlacken, Stäuben und Pflanzenprodukten 443; in Silicaten 154
Fluoranthen, Abtrennung 237
Fluorapatit, Infrarotanalyse 158
Fluordichlormethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Fluorescenzmessungen, systematische Fehler 41
Fluorescenzschirm in der Papierchromatographie 51
Fluorid, Bestimmung in Wasser 150
Fluortrichlormethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Formaldehyd, arsenometrische Bestimmung 161; Bestimmung neben Hexamethylentetramin 231
Formaldehyd-Phenolharze, Bestimmung von Ammoniakresten 73
Formaldehydreaktion zur Bestimmung der Fettsäuren in Lipoiden 398
Fraktionsschneider in der Chromatographie 219

Freon-11,12,114, gaschromatographische Bestimmung 45
Freonverbindungen, Bestimmung von Beimengungen von Luft 45
Frostschutzmittel, Bestimmung von Glykolsäure in gebrauchten Frostschutzmitteln 371
Fructose, Bestimmung 237; in biologischem Material 459; Bestimmung von Phosphorsäureestern in biologischem Material 459
Füllstoffe, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Füllvorrichtung für Mikrobüretten 139
Fumarsäure, Abtrennung und Bestimmung 232
Funktionelle Gruppen, Bestimmung in Erd- oder Mineralwachsen 65

Galaktose, Trennung von Xylose an verschiedenen Papieren 48
Gallium, papierchromatographische Bestimmung 49; R_f-Wert 50; Abtrennung von Spuren 216
Gallussäure zur Bestimmung von Titan in legierten Stählen 439
Gamma-Spektroskopie zur Bestimmung von Protaktinium 142
Gaschromatographie, Einfluß von Trägergasen auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen 45; zur Untersuchung von gasförmigen Reaktionsprodukten verschiedener Stoffe 216; Empfänger bei quantitativen Analysen 44; Instrument zur Bestimmung von Wasserstoff und Methan in Grubenluft 216
Gase, Einfluß verschiedener Trägergase auf die Retentionszeit von Gasen in der Gaschromatographie 45; Bestimmung flüchtiger Aldehyde 360
Gasolin, potentiometrische Bestimmung 229
Gaszählrohr für $^{14}CO_2$ 226
Geiger-Müller-Zählrohr zur radiologischen Bestimmung von Kalium 1
Gentisin, Bestimmung 451
Genußmittel, Bestimmung von Methylbromid in begasten Genußmitteln 307
Gerbstoffe, Bestimmung in homöopathischen Zubereitungen 374
Germanat, Bestimmung von Arsenat neben Germanat 142
Germanium, Nachweis mit Brenzcatechinviolett 60
Gesamtfettsäuren, siehe Fettsäuren
Gesteine, Bestimmung verschiedener Metalle durch Aktivierungsanalyse 444
Getreide, Bestimmung von Methylbromid in begastem Getreide 307
Getreideerzeugnisse, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff nach der Dithiocarbaminatmethode 69
Getreideprodukte, Bestimmung von flüchtigen Halogenverbindungen 70; von Tetrachlorkohlenstoff 69; von Tetrachlorkohlenstoff, Äthylendichlorid und -dibromid 70; des Gesamtbromids in behandelten Getreideprodukten 71; von Chemikalienrückständen 68
Gewebe, Bestimmung von anorganischen Elementen in pflanzlichem Gewebe 366; von Carnosin, Anserin sowie ihren Vorstufen in tierischem Gewebe 455; des Zentralnervensystems, Untersuchung der löslichen Proteine 393
Glas, Bestimmung von Kalium 442
Globulin, Bestimmung 383; von Serum-Ac-Globulinen 456
D-Glucose, Bestimmung in Blut 458
Glührückstand, Bestimmung in Rohmontanwachs 64
Glutaminsäure, Bestimmung 388; Bestimmung in Kartoffelsaft 387
Glutarsäure, Abtrennung und Bestimmung 232
Glycerin, Bestimmung 460; in Wein 308; in Salbenzubereitungen 373
Glycerin-α-monochlorhydrin zur Bestimmung von Vitamin A 328
Glycin, Bestimmung 388; photometrische Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 133; papierchromatographische Isolierung 48; Bestimmung in Kartoffelsaft 387
Glykol, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Glykolsäure, Abtrennung und Bestimmung 232; Bestimmung in gebrauchten Frostschutzmitteln 371
Glykoside, papierchromatographische Trennung der Glykoside des Roten Fingerhutes 36
Gold, Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; Titration mit Kaliumcyanidlösung 223; elektrophoretische Abtrennung 289; Entfernung bei der Thalliumbestimmung in Erzen 157
Goldelektroden für elektrometrische Titrationen 272
Goldmikroelektroden zur polarographischen Bestimmung von Chrom(VI) 54
Graphitelektroden, mit Wachs imprägniert, in der Polarographie 53; mit

Opalwachs oder Castorwachs imprägniert, zur Bestimmung der Antioxydantien in Benzin 54
Grubenluft, siehe Luft
Guanidin, Bestimmung von Melamin neben Guanidin 369
Guanosin, Abtrennung des Di- und Triphosphats 319
Gußeisen, Bestimmung von Aluminium mit Stilbazo 152

Haematein, Reagens auf Th, Zr und U 406
Hämoglobin, Bestimmung bei Blutspendern 399
Härte, Bestimmung in Wasser 362; komplexometrische Bestimmung in Wasser 149; Bestimmung in schwermetall- und aluminiumhaltigen Wässern 149
Halogenid, Bestimmung an polarisierten Platinelektroden 56; Bestimmung von Quecksilber neben Halogeniden 297
Hamamelisrinde, Bestimmung von Gerbstoffen 374
Harn, Submikrobestimmung von Thorium 160; Bestimmung von Jodid 384; saurer Aminopolysaccharide 460; der neutralen und phenolischen Steroide 398; siehe auch Urin
Harncorticoide, Bestimmung 220
Harnstoff als Komplexbildner 57; photometrische Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 133; spektrophotometrische Bestimmung in Whisky 309; Ultramikrobestimmung im Serum 386
Helium, Einfluß auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen in der Gaschromatographie 45
Heptanol-(4), Bestimmung 228
Herbstzeitlose, Bestimmung von Colchicum-Alkaloiden 381
Hexachlorcyclohexan, Bestimmung 75
Hexacyanoferrat(III), statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 179
Hexadecandicarbonsäure, Hochfrequenztitration 56
Hexamethoniumbromid, Bestimmung 78
Hexamethylentetramin, Bestimmung von Formaldehyd neben Hexamethylentetramin 231
1,2,4,6-Hexantetracarbonsäure, Bestimmung in technischen Produkten 74
Histidin, chromatographischer Nachweis 217; Bestimmung 389; in tierischem Gewebe 455; in Proteinhydrolysaten 389
Hochfrequenztitrationen langkettiger Dicarbonsäuren 56
Hochspannungselektrophorese, Anwendungen 52
Holzimprägnierungslösungen, Bestimmun von Zink 372
Homöopathische Zubereitungen, Bestimmung von Gerbstoffen 374
Hormone, Nachweis androgener Hormone in einem Ovarialtumor 396
Humus, Bestimmung 365
Hydrazine, Bestimmung von Wasser in verschiedenen Hydrazinen 372
Hydrochinon, polarographische Bestimmung 54
Hydrocortison, Bestimmung 396; in Plasma nach dem Silber-Porter-Verfahren 397; papierchromatographische Untersuchung 52
Hydrogele, Bestimmung anorganischer und organischer Hydrogele in Salbenzubereitungen 373
m-Hydroxybenzoesäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
2,4-Hydroxy-5-chloroacetophenon, Reagens in der anorganischen Analyse 293
17-Hydroxycorticosteroide, Bestimmung im Urin 397
3-Hydroxy-1,3-diphenyltriazinsulfonsäure zur Bestimmung von Palladium 147
Hydroxylamin, Titration unter Verwendung von Vanadium(II)-lösungen 133
Hydroxylaminchlorhydrat zur Bestimmung von Diacetonalkohol 56
Hydroxylapatit, Infrarotanalyse 158
Hydroxylzahl, Bestimmung in Wachsen 65
Hydroxynicotin, elektrophoretisches Verhalten 378
5-Hydroxypipecolinsäure, Bestimmung 235
Hydroxyprolin, Bestimmung 235; papierelektrophoretische Trennung 52
3-Hydroxy-Δ^5-steroide, Tüpfelprobe 395
Hydroxytriphenylmethanfarbstoffe, zum Nachweis mit Aluminium 61
Hyoscyamin, Reinheitsprüfung 378
Hypochlorit, Unterscheidung von Chloramin T 335

Iminosäuren, Trennung und Bestimmung cyclischer Iminosäuren 235
Imprägnierungslösungen, Bestimmung von Zink in Holzimprägnierungslösungen 372

Indicatoren, Chromoxanfarbstoffe in der Chelatometrie 222; Herstellung von Siloxenindicator zur Sulfatbestimmung 304
Indicatorsäuren, Reagentien zur Bestimmung von Alkaloiden 374
Indium, Fällung mit Arsinsäuren 130; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; papierchromatographische Bestimmung 49; R_f-Wert 50; Bestimmung mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; Abtrennung von Spuren 216
Indol, Fluorescenzfarben 240
Indol-3-acetaldehyd, Fluorescenzfarben 240
Indol-3-acetonitril, fluorescenzanalytischer Nachweis 240
Indol-3-aldehyd, Fluorescenzfarben 240
Indol-3-buttersäure, Fluorescenzfarben 240
Indol-3-essigsäureäthylester, Fluorescenzfarben 240
Indol-3-essigsäuremethylester, Fluorescenzfarben 240
Indol-3-essigsäuren, Fluorescenzfarben 240
Indolkörper, fluorescenzanalytischer Nachweis 240
Indol-3-propionsäure, Fluorescenzfarbben 240
β-Indolylessigsäure zur Bestimmung von Fructose in biologischem Material 459
Industrie, hygienische Flugstaubuntersuchungen 435
Industriewässer, siehe Wasser
Infrarotphotometer zur Analyse von leichtem und schwerem Wasser 43
Infrarotspektroskopie organischer Stoffgemische 43
Injektionslösungen, Bestimmung von Benactyzin 451
Inosin, Abtrennung des Di- und Triphosphats 319
Insecticide, Bestimmung der aktiven Gehalte 75
Insulin, Reinigung des rohen Insulins aus der Walfischpankreas 463; Bestimmung in biologischem Material 459; biologische Bestimmung in Kaninchen 463; Bestimmung von Adrenalin und Ascorbinsäure in der Nebenniere nach Insulingaben 394
Insulinhypoglykämie, Bestimmung von Adrenalin in Venenplasma 462
Ionen, papierelektrophoretische Trennung 287
Iridium, mikrochemischer Nachweis 401; Nachweis von Palladium, Platin und Osmium neben Ir 404
Isobutylbromallyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Isocitronensäure, Abtrennung und Bestimmung 232
Isoleucin, Bestimmung 389; in Kartoffelsaft 387
Isolierungsrückstände, Halbmikrobestimmung von Phosphor 12; von Arsen 95; von Schwefel 102
Isonicotinsäurehydrazid, zur Fällung von Kupfer, Quecksilber, Cadmium 58; maßanalytische Bestimmung 450
Isopropylbromallyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Itaconsäure, Abtrennung und Bestimmung 232

Jod, zur Bestimmung von Thiosulfat an polarisierten Platinelektroden 56; gaschromatographische Trennung von Chlor und Brom 45
Jodat zur Bestimmung von Cer(IV) nach Reduktion zu Cer(III) 283
Jodid, Bestimmung neben Chlorid und Bromid 55; Bestimmung im Harn 384
Jodometrie, Verbesserung des Endpunktes in Gegenwart von Chrom(III) 133
Jonone, polarographische und spektrographische Bestimmung von α- und β-Jonon 452

Kakodylsäure zur Fällung und Abtrennung von Uran 37, 343
Kalium, Empfindlichkeit des Nachweises mit Natriumtetraphenyloborat 296; Nachweis mit Sprühreagens 217; radiologische Schnellbestimmung mit dem Geiger-Müller-Zählrohr in Lösungen 1; titrimetrische Bestimmung nach Fällung als Kaliumtetraphenyloborat 57; gleichzeitige Bestimmung mit Lithium und Natrium 295; flammenphotometrische Bestimmung in Silicaten 441; Bestimmung in Glas 442; in pflanzlichem Gewebe 366; im Serum 159; Einfluß auf die Uranbestimmung mit Kakodylsäure 345
Kaliumchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Kaliumchlorid 210
Kaliumchlorid-Lithiumchlorid, chronopotentiometrische Titrationen in geschmolzenem Kaliumchlorid-Lithiumchlorid 131
Kaliumchromat, statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 178

Kaliumcyanidlösung für Titrationen 223
Kaliumdichromat zur Standardisierung von Chrom(III)-salzlösungen 354
Kaliumjodat zur Standardisierung von Chrom(II)-salzlösungen 355
Kaliumjodid, Bestimmung an polarisierten Platinelektroden 56
Kalk, Schnellbestimmung in Produkten der Eisenverhüttung 153; flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium 441; Bestimmung von Calcium und Magnesium in gelöschtem und gebranntem Kalk 444
Kalkstein, Bestimmung von Calcium und Magnesium 444
Kaninchen, zur biologischen Bestimmung von Insulin 463
Karl-Fischer-Titration an polarisierten Platinelektroden 56
Kartoffelpreßsaft, Bestimmung der Aminosäuren 387
Kartoffelsaft, Bestimmung der Aminosäuren 386
Katalysatoren, Bestimmung von Molybdän 42
Katalyse, Nachweisreaktionen mit gekoppelter Katalyse 135
Kationen, Farbreaktionen mit 2,4-Hydroxy-5-chloroacetophenon 293
Kephalin, Bestimmung in menschlichen Erythrocyten 461
Kesselspeisewasser, siehe Wasser
α-Ketoglutarsäure, Abtrennung und Bestimmung 232
17-Ketosteroide, Farbreaktion mit 3,5-Dinitrobenzoesäure 396
α-Ketosteroide, Bestimmung nach einer einfachen Tetrazoliumblau-Reaktion 396
Kieselsäure, colorimetrische Bestimmung 303; Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371
Knochengewebe, Nachweis von Pyrophosphat 454
Kobalt, Fällung mit Arsinsäuren 130; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; Vergleich von Bestimmungsverfahren 180; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; polarographische Bestimmung 221; Bestimmung durch Rücktitration mit Quecksilber(II)-nitrat 410; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Gesteinen, Sedimenten und Meteoriten 444; in Flugstaub 435; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von Kupfer neben Kobalt 31; von Blei neben Kobalt 63; von Zirkonium neben Kobalt 247; von Thorium neben Kobalt 245; Fällung von Phosphor neben Kobalt 267
Kobaltamminkomplex, chromatographisches Verhalten 292
Kobaltsulfat, statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 178; Bestimmung von Molybdän neben Kobaltsulfat 210
Koflermethoden, Verwendung in der Arzneimittelanalyse 373
Kohleelektroden, Eindringen von Probenlösungen in Spektralkohlen 215
Kohlendioxyd, gaschromatographische Bestimmung 45
Kohlenhydrate, Reaktion mit Thymol 457; derivative Polarographie 236
Kohlenmonoxyd, gaschromatographische Bestimmung 45; Bestimmung in der Luft 358; in Blut 383
Kohlenoxydvergiftung, Bestimmung von CO im Blut 383
Kohlenstoff, Bestimmung in Schwefel und Schwefelerzen 443; in gereinigtem Schwefel (Druckfehlerberichtigung) 80; Druckregler zur Bestimmung 227
^{14}Kohlenstoff, Bestimmung im Blut 454
Kohlenwasserstoffe, gaschromatographische Analyse halogenierter Kohlenwasserstoffe 47; fluorierter Kohlenwasserstoffe 45; papierchromatographische Bestimmung cancerogener Kohlenwasserstoffe 464; Bestimmung nichtflüchtiger Kohlenwasserstoffe in Abwässern 363; Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Kokosfett, Bestimmung von Butterfett neben Kokosfett 315
Komplexbildner, Bestimmung von zweiwertigem Quecksilber neben Komplexbildnern 297
Konduktometrische Zelle zur Auswertung von Chromatogrammen 218
Kontaktinsecticide, Bestimmung von Endrin 78
Konzentrate, Bestimmung von Beryllium durch radiometrische Titration 435
Koproporphyrine, Trennung der Koproporphyrine I und III 400

Korrosionsprodukte, Bestimmung in Uransalzlösungen homogener Reaktoren 135
o-Kresol, Bestimmung 220
Kresole, chromatographische Abtrennung 121
m-Kresoxyessigsäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
Kupfer, Fällung mit Arsinsäuren 130; mit Isonicotinsäurehydrazid 58; Beeinflussung der elektrolytischen Abscheidung 222; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; geringer Mengen an Kationenaustauschern 58; Vergleich von Bestimmungsverfahren 180; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; polarographische Bestimmung 221; Bestimmung mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; polarographische Untersuchung von Tetrakis-(äthylenthioharnstoff)-kupfer(I)-nitrat 296; amperometrische Titration kleiner Mengen 59; Titration mit Kaliumcyanidlösung 223; Bestimmung durch Rücktitration von ÄDTA mit Quecksilber(II)-nitrat 410; chelatometrische Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 222; photometrische Titration neben anderen Metallen 30; Bestimmung neben Silber 223; komplexometrische Bestimmung neben Mangan 22; papierelektrophoretische Abtrennung 289; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 436; in Nickellegierungen für Oxydkathoden 25; in Gesteinen, Sedimenten und Meteoriten 444; von Spuren in Papier und Produkten der Papierindustrie 446; flammenphotometrische Bestimmung in Pflanzengewebe 71; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Titanbestimmung 126, 127; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von Silber in Gegenwart von Kupfer 250; von Blei neben Kupfer 63; von Zirkonium neben Kupfer 247; von Thorium neben Kupfer 245; Fällung von Phosphor neben Kupfer 267; Nachweis von Eisenspuren 305
Kupfer(I), chronopotentiometrische Bestimmung 132
Kupfer(II), Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224
Kupfer-amminkomplex, chromatographisches Verhalten 291
Kupferchlorid, statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 178
Kupferoxalat, chromatographische Untersuchung der Komplexe 332
Kupferron zur Reinigung der Borsäure 350
Kupfersalze, Nachweis von Eisenspuren 305
Kupfersulfat, statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 178; Bestimmung von Molybdän neben Kupfersulfat 210

Lanthan, Fällung mit Arsinsäuren 130; spektrometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 151; spektrographische Bestimmung der Verunreinigungen 298; Bestimmung von Kupfer neben Lanthan 31; von Zirkonium neben Lanthan 247
Lebensmittel, Kennzeichnung durch objektive Farbmessung 306; Bestimmung von Alkohol in schwach alkoholhaltigen Lebensmitteln 308; von Thiamin 318; von Methylbromid in begasten Lebensmitteln 307
Lecithin, Bestimmung 460; in menschlichen Erythrocyten 461
Legierungen, Bestimmung von Beryllium durch radiometrische Titration 435; Nachweis von Eisenspuren 305
Lepidolit, Bestimmung der Alkalimetalle 50
Leucin, Bestimmung 389; in Kartoffelsaft 387
Licht, Einfluß auf die Beständigkeit von Dithiollösungen 194
Lindan, Bestimmung 75; Abtrennung 76
Linolsäure, Bestimmung 460
Lipoidphosphor, Bestimmung 391
Lipoproteidfraktionen, elektrophoretische Untersuchung 391
Lithium, gleichzeitige Bestimmung mit Natrium und Kalium 295; Abtrennung von Spuren 216
Lithiumcarbonat, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 281
Lithiumchlorid-Kaliumchlorid, chronopotentiometrische Analyse in geschmolzenem Lithiumchlorid-Kaliumchlorid 131
Lithiumnitrid, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 281
Lithiumoxyd, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 281
Lösungen, Bestimmung von Uran 158

Luft, Einfluß auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen in der Gaschromatographie 45; gaschromatographische Analyse 45; gaschromatographische Bestimmung in Freonverbindungen 45; Bestimmung von Aerosolen mit den Membranultrafiltern 358; gaschromatographische Untersuchung von Reaktionsprodukten zwischen Luft und Aktivkohle 216 Bestimmung von Methan und Wasserstoff in Grubenluft 216; von Kohlenmonoxyd 358; Apparat zur Registrierung von SO_2-Gehalten 259; Bestimmung von Ozon und anderen Oxydantien 359; von Toluol-2,4-diisocyanat in der Atmosphäre 359
Lysin, Bestimmung 388, 389
Lysolecithin, Bestimmung 460

Magnesium, Fällung mit Arsinsäuren 130; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; Bestimmung bei niedrigen Gehalten 444; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; chelatometrische Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 222; Bestimmung durch Rücktitration von ÄDTA mit Quecksilber(II)-nitrat 410; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Wasser 362; im Boden 365; mit Natriumnaphthalhydroxamat in biologischem Material 453; Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366; Einfluß auf die Uranbestimmung mit Kakodylsäure 345; Bestimmung von Kupfer neben Magnesium 31; von Beryllium neben Magnesium 207; von Zirkonium neben Magnesium 247; von Thorium neben Magnesium 245; Fällung von Phosphor neben Magnesium 267
Magnesiumchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Magnesiumchlorid 210
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Thorium und Seltenen Erden 151
Magnesiumnitrid, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes 281
Magnesiumstearat, Störung bei der Bestimmung von Sulfonamiden in Tabletten 448
Maleinsäure, polarographische Bestimmung 221; elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275
Malonsäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Abtrennung und Bestimmung 232
Mangan, Fällung mit Arsinsäuren 130; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; komplexometrische Bestimmung neben Kupfer 22; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 436; in Calaminerzen 443; in pflanzlichem Gewebe 366; Bestimmung von Kupfer neben Mangan 31; von Blei neben Mangan 63; von Zirkonium neben Mangan 247; von Thorium neben Mangan 245; Fällung von Phosphor neben Mangan 267; Nachweis von Eisenspuren 305
Mangan(II), Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224
Mangansulfat, Bestimmung von Molybdän neben Mangansulfat 211
Margarine, Bestimmung von Wasser, Fett und Stärke 314
Marmé-Morphin-Komplex zum Nachweis von Morphin 381
Mehl, Bestimmung von Mineralstoffen und beigemischtem Calciumcarbonat 310
Mehrkomponentengemische, Analyse von Metallen durch Röntgenabsorption 42
Melamin, Bestimmung neben Guanidin 369
Melezitose, Bestimmung in biologischem Material 459
Mercaptane, potentiometrische Bestimmung 229
Merkupral zur Bestimmung kleiner Quecksilbermengen in Erzen 321
Metallammine, chromatographische Untersuchung 290
Metalle, Analyse in Mehrkomponentengemischen mit Röntgenabsorption 42; Bestimmung durch Extraktion ihrer Komplexe mit organischen Lösungsmitteln 224; papierchromatographische Trennung der IIb- und IIIa-Gruppe 50; komplexometrische Titration zweiwertiger Metalle nach Abtrennung der störenden drei- und vierwertigen Metalle 133; photometrische Titration von Kupfer neben anderen Metallen 30; Bestimmung von Zink 156
Metallische Proben, Bestimmung von Tellur 152

Metalloxyde, Nachweis von Al_2O_3 neben anderen Metalloxyden 61
Metallsalzniederschläge, Thermolyse 302
Metallspuren, Beeinflussung der elektrolytischen Abscheidung 221
Metanicotin, elektrophoretisches Verhalten 378
Metanilsäure, Charakterisierung 116
Meteorite, Bestimmung verschiedener Metalle durch Aktivierungsanalyse 444
Methämoglobin, spektrophotometrische Bestimmung 400
Methan, Einfluß verschiedener Trägergase auf die Retentionszeit in der Gaschromatographie 45; gaschromatographische Bestimmung 45; Bestimmung in Grubenluft 216; gaschromatographische Bestimmung in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216
Methanthiol, Bestimmung 68
Methionin, Bestimmung 388; in pharmazeutischen Präparaten 448; in Proteinhydrolysaten 389
Methoxychlor, Abtrennung 76
N-Methylanabasin, elektrophoretisches Verhalten 378
N-Methylanatabin, elektrophoretisches Verhalten 378
Methylbromid, gaschromatographische Bestimmung 47; Bestimmung in begasten Lebens- und Genußmitteln 307; Bestimmung des Gesamtbroms 71
2-Methylbutanol-(2), Bestimmung 228
2-Methyl-2-butanthiol, Bestimmung 68
Methylcholanthren, R_f-Wert 464
N-Methyl-cyclohexenylmethyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Methylenblau, Untersuchung des Eisen(III)-komplexes 179
2-Methylhexanol-(2), Bestimmung 228
N-Methylhistidin, Bestimmung in tierischem Gewebe 455
Methylindole, Fluorescenzfarben 240
Methylisobutylketon, Lösungsmittel für potentiometrische Neutralisationstitrationen 130
Methylmetanicotin, elektrophoretisches Verhalten 378
Methylpentanole, Bestimmung 228
N-Methyl-phenyl-äthylbarbitursäure, Identifizierung 80
2-Methylpropanol-(2)-, Bestimmung 228
Methylpropanthiole, Bestimmung 68
N-Methylpyrrolidon, Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 133
3-Methyl-2-thiabutan, Bestimmung 68
Mikrobiologische Untersuchungen, Verwendung der Papierchromatographie 382
Mikrobüretten, Füllvorrichtung 139
Mikroentsalzer für Papierchromatographie von Aminosäuren 218
Milchsäure, Abtrennung und Bestimmung 232
Mineralien, Bestimmung der Alkalimetalle 50; Bestimmung von Strontium in Calciummineralien 155
Mineralöl, Bestimmung von Zink 42; von Molybdän 42
Mineralsäuren, siehe Säuren
Mineralstoffe, Bestimmung in Mehl 310
Mineralwachse, Bestimmung der funktionellen Gruppen 65
Mohnkapseln, Bestimmung von Morphin 380
Molkerei, Bestimmung der Vitamine zur Betriebskontrolle 317
Molybdän, mikrogravimetrische Bestimmung 209; Bestimmung durch Extraktion 225; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung hochdisperser Carbide im Stahl 153; Bestimmung in Mineralöl und in Katalysatoren 42; Einfluß auf die Bestimmung kleiner Rheniumkonzentrationen 145
Molybdän(VI), Fällung mit Arsinsäuren 130; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Einfluß auf die Titanbestimmung 127
Molybdänsäure, zur Fällung von Atophan 80
Monazitsande, Extraktion von Thorium 244
Monomethylhydrazin, Bestimmung von Wasser 373
β-Monopalmitolyl-L-α-lecithin, R_f-Wert 368
Monophenylarsinsäure für Metallfällungen 130
β-Monostearyl-L-α-lecithin, R_f-Wert 368
Montanharzgehalt, Bestimmung in Rohmontanwachsen 64
Montanwachs, Bestimmung der Kennzahlen 64
Morin zur fluorimetrischen Zirkoniumbestimmung 301
Morphin, Bestimmung mit Hilfe des Morphin-Marmé-Komplexes 381; Bestimmung in Mohnkapseln 380
Morphin-Diolan-Scopolamin-Präparate, Bestimmung von Scopolamin 380
Motorabgase, siehe Abgase
Mucoprotein, Bestimmung 383
Myosmin, elektrophoretisches Verhalten 378

Nachweisreaktionen mittels gekoppelter Katalyse 135
Naphazolin, Abtrennung 382
Naphazolinhydrolyseprodukte, Abtrennung 382
Naphthochromgrün, Nachweis 61
Naphthochromviolett, Nachweis 61
Naphtholcarbonsäuren, papierelektrophoretische Trennung 52
Naphtholsulfonsäuren, papierchromatographische Abtrennung 238
1-Naphthylacetyläthylendiamin, Abtrennung 382
Naphthylamine, Farbreaktionen 114; Charakterisierung 116
Naphthylaminsulfonsäuren, papierchromatographische Abtrennung 238
1-Naphthylessigsäure, Abtrennung 382
Natrium, Nachweis mit Sprühreagens 217; gleichzeitige Bestimmung mit Lithium und Kalium 295; flammenphotometrische Bestimmung in Bleimetall 437; in Silicaten 441; Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 345
Natriumacetat, Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 132
Natriumbenzoat, Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 132
Natriumcarbonat, Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371
Natriumchlorid, Bestimmung von Molybdän neben Natriumchlorid 210
Natriumcitrat, photometrische Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 133
Natriumdiäthyldithiocarbaminat zur heterometrischen Mikrobestimmung von Blei 62
Natriumdisulfid, Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371
Natriumglycerophosphat, Bestimmung 460
Natriumhydroxyd, Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371
Natriumhyponitrit, Bestimmung in Gegenwart von Nitrit, Nitrat und Carbonat 139
Natriumlaurat, Bestimmung in Natrium-N-lauroylsarcosinat 235
Natrium-N-lauroylsarcosinat, Bestimmung von Natriumlaurat 235
Natriumphosphat, Analyse von technischem Natriumphosphat 369
Natriumrhodizonat zum Nachweis von Silber, Blei und Eisen 296
Natriumsulfid, Analyse von technischem Natriumsulfid 371
Natriumsulfit, Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371
Natriumtetraphenyloborat, Empfindlichkeit des Kaliumnachweises 296
Natriumthiosulfat, Bestimmung in technischem Natriumsulfid 371
Natriumwolframat, Bestimmung von Molybdän neben Natriumwolframat 210
Natronlauge, zur Bestimmung von Oxalsäure an polarisierten Platinelektroden 56
Nebenniere, Bestimmung von Adrenalin und Ascorbinsäure nach Insulingaben 394; von Ascorbinsäure in Rattennebennieren 393
Nebennierensteroide, mikroformaldehydogene Analyse 394; Auswertung von Chromatogrammen 52
Neodym, spektrophotometrische Bestimmung 299; spektrometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 151
Neovitamin A_1, Trennung von Vitamin A_1 318
Neutralisationsreaktionen, Lösungsmittel für die potentiometrische Bestimmung 130
Nickel, Fällung mit Arsinsäuren 130; Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; Nachweis kleiner Mengen mit Hilfe von Anionenaustausch 146; Vergleich von Bestimmungsverfahren 180; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; polarographische Bestimmung mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; chelatometrische Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 222; Titration mit Kaliumcyanidlösung 223; Bestimmung durch Rücktitration von ÄDTA mit Quecksilber(II)-nitrat 410; komplexometrische Bestimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 436; in Gesteinen, Sedimenten und Meteoriten 444; in Flugstaub 435; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von Kupfer neben Nickel 31; von Blei neben Nickel 63; von Zirkonium neben Nickel 247; von Thorium neben Nickel 245; Fällung von Phosphor neben Nickel 267

Nickelamminkomplexe, chromatographisches Verhalten 292
Nickelchlorid, statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 178; Bestimmung von Molybdän neben Nickelchlorid 210
Nickellegierungen, Analyse 25, 110
Nickelsulfat, statistische Berechnung der Genauigkeit von Bestimmungsverfahren 178
Nicotin, elektrophoretisches Verhalten 378
Nicotinsäure, papierchromatographischer Nachweis 450
Nicotinsäureamid, papierchromatographischer Nachweis 450
Nicotyrin, elektrophoretisches Verhalten 378
Niob, Nachweis mit Brenzcatechinviolett 60; Bestimmung von Zinn, Blei, Antimon, Wismut und Cadmium in Niob 300
Nitraniline, Charakterisierung 116
Nitrat, maßanalytische Bestimmung 140; Titration mit Vanadium(II)-salzlösungen 133; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 40; Bestimmung von Natriumhyponitrit neben Nitrat 139
Nitride, Bestimmung des Oxydgehaltes salzartiger Nitride 277
Nitrilotriessigsäure, Untersuchung des Eisen(III)-komplexes 179
Nitrit zur Bestimmung von Essigsäureanhydrid 234; Bestimmung von Natriumhyponitrit neben Nitrit 139
p-Nitrobenzoldiazoniumfluoborat als neues Reagens in der Papierelektrophorese 53
Nitrocellulose, maßanalytische Bestimmung 140
Nitroguanidin, maßanalytische Bestimmung 140; mit Vanadium(II)-salzlösungen 134
Nitrophenole, papierelektrophoretische Trennung 52
Nitrosyl-Ruthenium, Nitrato-Komplexe 147
2-Nitro-m-xylol, Titration mit Vanadium(II)-salzlösungen 134
Nornicotin, elektrophoretisches Verhalten 378
Nornicotyrin, elektrophoretisches Verhalten 378
Novocainhydrochlorid, Bestimmung von p-Aminobenzoesäure neben Novocainhydrochlorid 449
Novopon-Scopolaminpräparate, Bestimmung von Scopolamin 380
Nylon, Identifizierung 446
Nylonpolymere, Identifizierung 446

Oberflächenwasser, Bestimmung von Alkylbenzolsulfonatreinigungsmitteln 363
Öle, Bestimmung in Abwasser 363
Ölsäure, gaschromatographische Abtrennung 48
Olefine, gaschromatographische Bestimmung von cyclischen Olefinen in Petroleumfraktionen 67
Olivenöl, Nachweis von Rüböl in Olivenöl 311
Opalwachs zur Imprägnierung von Graphitelektroden in der Polarographie 54
Organische Oxydantien, siehe Oxydantien
Organische Reagentien, Verwendung in der anorganischen Analyse 241
Organische Stoffe, infrarotspektroskopische Untersuchung 43; Zusammenhang zwischen Konstitution und Halbstufenpotentialen 220; Bestimmung des Reinheitsgrades durch Abkühlungskurven 129; Analyse von ^{14}C-markierten Verbindungen 226
Organische Wirkstoffe, Bestimmung in Arzneimitteln 78
Ornithin, chromatographischer Nachweis 217
Orthophosphat, Bestimmung 370
Osmium, elektrophoretische Abtrennung 289; Nachweis neben Ruthenium, Rhodium und Iridium 404
Ovalbuminbestandteile, Trennung 457
Ovarialtumor, Nachweis von androgenen Hormonen 396
Ovex, Bestimmung 75
Oxalat, Bestimmung von Gesamtoxalat im Urin 385; Einfluß auf die Titanbestimmung 127
Oxaldihydroxamsäure, physikalisch-chemische Eigenschaften 131
Oxalsäure zur Bestimmung von Bleiacetat an polarisierten Platinelektroden 56; elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Bestimmung an polarisierten Platinelektroden 56; polarographische Bestimmung 54, 221; Abtrennung und Bestimmung 232
3-Oxin-1-Phosphor-12-Molybdat zur Halbmikro- und Mikrobestimmung von Phosphor 257
Oxydantien, Nachweis organischer Oxydantien in der Tüpfelanalyse 335; Bestimmung in der Luft 359

Oxydationsmittel zur Standardisierung von Chrom(II)-salzlösungen 354
Oxyde, Bestimmung des Gehaltes in salzartigen Nitriden und Carbiden 277
Oxydgehalt, Bestimmung in Nitriden und Carbiden 281/282
Oxydische Proben, Bestimmung von Tellur 152
Oxydkathoden, Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden 25, 110
Ozon, Bestimmung in der Luft 359
Ozonide von Divinylpolymeren, verteilungschromatographische Trennung der Säuren 73

Palladium, mikrochemischer Nachweis 401; photometrische Bestimmung 147; Bestimmung durch Extraktion 224; Titration mit Kaliumcyanidlösung 223; Nachweis neben Ruthenium, Rhodium und Iridium 404; elektrophoretische Abtrennung 289; Bestimmung von Zirkonium neben Palladium 247; von Thorium neben Palladium 245
Palladium(II), Fällung mit Arsinsäuren 130
Palmitinsäure, gaschromatographische Abtrennung 48
Palmitoleinsäure, gaschromatographische Abtrennung 48
Pankreas, Reinigung des rohen Insulins aus der Walfischpankreas 463
Pantographen in der Papierchromatographie 52
Papier, Bestimmung von Kupferspuren 446; Absorptionsmessungen an ungefärbten und gefärbten Chromatographierpapieren 217, Prüfung von Verunreinigungen 131
Papierchromatographie, Eignung verschiedener Papiere zur Chromatographie 48; Reproduzierbarkeit von Absorptionsmessungen an ungefärbten und gefärbten Chromatographierpapieren 217; Verwendung für mikrobiologische Zwecke 382; zur Bestimmung von Spurenelementen 49; der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Alk-2,4-Dienalen 231; Trennung von Phospholipoiden an imprägniertem Glaspapier 460; Mikroentsalzer zur Untersuchung von Aminosäuren 218; apparative Hilfsmittel 51; siehe auch Chromatographie, sowie Säulenchromatographie
Papierelektrophorese, geometrische Analyse 52; Anwendung der Hochspannungselektrophorese 52; Entfernung des Farbstoffüberschusses von Pherogrammen von Proteinen 220; Anwendung eines neuen Plastes 219; zur Trennung von Ionen 287; siehe auch Elektrophorese
Papierprodukte, Bestimmung von Kupferspuren 446
Paraffine, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Parathion, Nachweis und Bestimmung 75; Störung des Nachweises 77
Pentachlorcyclohexen, Bestimmung von Benzolhexachlorid neben Pentachlorcyclohexen 76
n-Pentan, gaschromatographische Untersuchung von Zersetzungsprodukten 216
Pentanol-(3), Bestimmung 228
Pentosen, Bestimmung 237
Peptide, papierelektrophoretische Untersuchung 52
Perchlorsäure, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130
Perjodat zur Standardisierung von Chrom(II)-salzlösungen 355
Permanganat zur Bestimmung von Kaliumjodid an polarisierten Platinelektroden 56; elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 276
Permanganatreaktion zur Identifizierung von Barbitursäuren 80
Permanganatverbrauch, Bestimmung in Wasser und Abwasser 148
Peroxydtest bei statischen und dynamischen Fettanalysen 310
Persulfat, Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 422
Perthan, Abtrennung 76
Perylen, Abtrennung 237
Petroleumdestillate, Identifizierung und Trennung der Schwefelverbindungen 67
Petroleumfraktionen, gaschromatographische Bestimmung von Verunreinigungen 67
Petroleumprodukte, Bestimmung des Gesamtschwefels 66
Pflanzen, Bestimmung anorganischer Elemente 366
Pflanzenasche, Bestimmung von Spurenelementen 366
Pflanzenauszüge, Bestimmung von Zuckeralkoholen 366
Pflanzengewebe, flammenphotometrische Kupferbestimmung 71
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Äpfelsäure 72

Pflanzenpreßsäfte, Bestimmung von Zuckeralkoholen 366
Pflanzenprodukte, Bestimmung von Mikrogrammengen Fluor 443
Pflanzensubstanz, Bestimmung der Phosphatidphosphorsäure 367; von „Phytin"-, Eiweiß- und anorganischer Phosphorsäure 367
Pharmazeutica, Bestimmung von Quecksilber 223; von Methionin 448; von Methionin und Cystin 448; von Thiamin 318
Phenanthren, R_f-Wert 464; Abtrennung 237
o-Phenanthrolin zur Maskierung von Eisen 150
Phenol, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon als Lösungsmittel 130; polarographische Bestimmung 54; chromatographische Abtrennung 121
Phenolcarbonsäuren als Indicatoren in der Chelatometrie 222
Phenole, Bestimmung mit Hilfe stabilisierter Diazoniumionen 238; gasmanometrische Bestimmung der Dinitrophenylderivate 455
Phenol-Formaldehydharze, Bestimmung von Ammoniakresten 73
Phenolische Verbindungen, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130
Phenyläthyl-barbitursäure, Identifizierung 80
Phenylalanin, Bestimmung 389; in Kartoffelsaft 387
Phenylanthranilsäure, zur Bestimmung von Humus 365
p-Phenylendiamin, polarographische Bestimmung 54
Phenylendiamine, Charakterisierung 116
Phenylessigsäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
Phenylglycincarbonsäuren, Reagentien auf Thorium und Zirkonium 241
Phenylhydrazin, Bestimmung mit Salzsäure in Alkohol an polarisierten Platinelektroden 56
Phloroglucin zur Mikrobestimmung von Zuckern 236
Phosphat, colorimetrische Bestimmung 303; Trennung von Aluminium 61; Einfluß auf die Titanbestimmung 127; Bestimmung von Arsenat neben Phosphat 142
Phosphatidcholin, Bestimmung in menschlichen Erythrocyten 461
Phosphatide, papierchromatographische Trennung 368; Isolierung aus Butterserum 315; Bestimmung in menschlichen Erythrocyten 461
Phosphatidphosphorsäure, Bestimmung in Pflanzensubstanz 367
Phosphatidyläthanolamin, Bestimmung 460; R_f-Wert 368
Phosphationen, Einfluß auf die flammenphotometrische Calciumbestimmung 297
Phospholipoide, chromatographische Trennung an Glaspapier 460
Phosphoniumsalze zum mikrochemischen Nachweis von Ir, Pd und Pt 401
Phosphor, Tüpfelnachweis mit gelbem Chinolinmolybdophosphat 141; colorimetrische Bestimmung von µg-Mengen 140; Bestimmung als 3-Oxin-1-Phosphor-12-Molybdat 257; Fällung in Gegenwart von Kationen 266, 267; photometrische Halbmikrobestimmung in Stählen und Isolierungsrückständen 12; gemeinsame Bestimmung mit Arsen in technischen Produkten 97; Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366
Phosphorsäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Bestimmung anorganischer Phosphorsäure in Pflanzensubstanz 367; Störung beim Nachweis von Zinn 62
Phosphorsäurederivate, papierelektrophoretische Trennung 52
Phosphorsäureester der Fructose, Bestimmung in biologischem Material 459
Phosphorverbindungen, Nachweis und Bestimmung kleiner Mengen Phosphorverbindungen 75
Photometer, Vergleichsmessungen 43
Photometrie, Vorbereitungen zur Spurenanalyse 215
Photometrische Titrationen schwacher Basen 132
„Phytin"-Phosphorsäure, Bestimmung in Pflanzensubstanz 367
Pilocarpin, Farbreaktion 375
Pipecolinsäure, Bestimmung 235
Piperidin, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130
Plasma, Bestimmung von Adrenalin in Venenplasma 462; Bestimmung von Hydrocortison nach dem Silber-Porter-Verfahren 397
Plaste, Verwendung in der Papierelektrophorese 219
Platin, Reaktion mit Phenylglycincarbonsäure 242; mikrochemischer Nachweis 401; Nachweis neben Ru-

thenium, Rhodium und Iridium 404; elektrophoretische Abtrennung 289; Bestimmung in Flugstaub 435
Platinelektroden, Titrationen an polarisierten Platinelektroden 56
Platinmetalle, analytische Chemie 401
Plutoniumlegierungen, Bestimmung von Mikrogrammengen Zirkonium 440
Plutonium-Titanlegierungen, Bestimmung von Titan 440
Polarographie, Einfluß des organischen Lösungsmittels auf die Halbstufenpotentiale 220; Analysen organischer und anorganischer Verbindungen 220; Brauchbarkeit der stationären Quecksilberelektrode 220; Messung mit imprägnierten Graphitelektroden 53; Leistungsfähigkeit des Tinsley-Registrierpolarographen 56
Polarovoltrie, Anwendungen 56
Pollucit, Bestimmung der Alkalimetalle 50
Polyacrylester, Bestimmung der Estergruppen 74
Polyäthylen, Bestimmung von Titan 74
Polyäthylenoxyd, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Polyesterfilme zur Elektrophorese von Proteinen an Polyesterfilmen 392
Polymethacrylester, Bestimmung der Estergruppen 74
Polyphenole, papierelektrophoretische Trennung 52
Polysaccharide, Bestimmung in biologischem Material 459; siehe auch Aminopolysaccharide
Pontachromviolett SW, Bestimmung mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56
Praseodym, spektrophotometrische Bestimmung 299; spektrometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 151
Procain, Farbreaktion 375
Produkte der Papierindustrie, Bestimmung von Kupferspuren 446
Prolin, Bestimmung 235, 389; Isolierung aus Eiweißhydrolysaten mit 2,4,6-Trinitrobenzoesäure 390
Propan, gaschromatographische Bestimmung in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216
Propanol-(2), Bestimmung 228
Propanthiole, Bestimmung 68
1,2,3-Propantricarbonsäure, Bestimmung in technischen Produkten 74
Propionaldehyd, Bestimmung in Gasen und Dämpfen 360
Propylen, gaschromatographische Bestimmung in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216
Propylenchlorhydrin zur Bestimmung von Vitamin A 328
Protaktinium, Bestimmung durch Gamma-Spektroskopie 142
Proteine, papierelektrophoretische Trennung 392, 456; Elektrophorese auf Agar an Cellophan- und Polyesterfilmen 392; Entfernung des Farbüberschusses von Pherogrammen 220; Untersuchung im Gewebe des Zentralnervensystems 393; Bestimmung von Zucker neben Protein und anderem biologischem Material 457
Proteinhydrolysate, Bestimmung von Aminosäuren 388, 389
Protoveratrine, papierchromatographische Trennung 379
Pseudojonon, spektrographische und polarographische Bestimmung 452
Pulver, siehe Titanpulver
Pyren, Abtrennung 237; R_f-Wert 464
Pyrethrumextrakt, Trennung der Bestandteile 374
Pyridin, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130; Titration in verschiedenen Lösungsmitteln 132
Pyridin und m-Dinitrobenzol, zur Bestimmung der Harn-Steroide 398
Pyridoxamin, papierchromatographischer Nachweis 450
Pyridoxin, papierchromatographischer Nachweis 450
Pyrogallolcarbonsäure zur Bestimmung von Titan in legierten Stählen 439
Pyrogallussäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
Pyrophosphat, Bestimmung 370; Nachweis im Knochengewebe 454

Quecksilber, Fällung mit Arsinsäuren 130; Fällung mit Isonicotinsäurehydrazid 58; Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; papierchromatographischer Spurennachweis 49; Nachweis mit Sprühreagens 217; Bestimmung 57; Titration mit Kaliumcyanidlösung 223; mikrovolumetrische Bestimmung mit Thionalid 298; Bestimmung durch Extraktion 224; papierelektrophoretische Abtrennung 289; Bestimmung kleiner Mengen in Erzen mit Merkupral 321; Bestimmung in Flugstaub 435; in pharmazeutischen Präparaten 223; in biologischem Material 453; in Urin

453; Entfernung bei der Thallium-R bestimmung in Erzen 157; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Molybdänbestimmung 211; Einfluß auf den Nachweis von Eisen in Legierungen 305; Bestimmung von Kupfer neben Quecksilber 31; von Blei neben Quecksilber 63
Quecksilber(II), Fällung mit Arsinsäuren 130; colorimetrische Bestimmung nach der Dithizonmethode 59; Bestimmung in Gegenwart von Halogeniden, Thiocyanat und ähnlichen Komplexbildnern 297; Bestimmung von Zirkonium neben Quecksilber(II) 247; von Thorium neben Quecksilber(II) 245
Quecksilber(II)-amidochlorid, bromatometrische Analyse 79
Quecksilberchlorid, analytische Anwendungen der Reaktion mit Aceton 57
Quecksilber(II)-nitrat für Titrationen in alkalischer Lösung 410

Radioaktive Präparate, Herstellung mit Hilfe eines einfachen Zentrifugieraggregates 137; Bestimmung der Aktivität auf Filterpapier 136
Raffinose, Bestimmung in biologischem Material 459
Ratten, Bestimmung von Ascorbinsäure bzw. Adrenalin in den Nebennieren 393; Untersuchung der löslichen Proteine im Zentralnervensystem von Albinoratten 393
Reaktionsprodukte, gaschromatographische Untersuchung 216
Reaktorbrennelemente, Bestimmung von Uran neben viel Wismut 304
Reaktoren, Bestimmung von Korrosionsprodukten und Zusätzen in Uransalzlösungen homogener Reaktoren 135
Registrierpolarograph, Leistungsfähigkeit 56
Reinaluminium, Bestimmung von Vanadium 429
Reinheit, Bestimmung von organischen Verbindungen durch Aufnahme der Abkühlungskurven 129
Reinigungsmittel, Bestimmung von Phosphaten 370
Resorcin, polarographische Bestimmung 54
Rhamnose, Bestimmung 237
Rhenium, spektralphotometrische Bestimmung kleiner Konzentrationen 144
hizoma Arnicae, Bestimmung von Gerbstoffen 374
Rhodanid, siehe Thiocyanat
Rhodium, Nachweis von Palladium, Platin und Osmium neben Rh 404
Rhothan, Nachweis und Abtrennung 76
Rinderserum, siehe Serum
Ringofenverfahren nach Weisz 131
Röntgenabsorption zur Analyse von Metallen in Mehrkomponentengemischen 42
Rohmontanwachs, Bestimmung der Kennzahlen 64
Rüböl, quantitative Papierchromatographie und Nachweis in Olivenöl 311
Ruthenium, Nitrato-Komplexe von Nitrosyl-Ruthenium 147; colorimetrische Bestimmung mit s-Diphenylthioharnstoff 147; elektrophoretische Abtrennung 289; Nachweis von Palladium, Platin und Osmium neben Ru 404

Saccharose, Bestimmung in biologischem Material 459
Säulenchromatographie, Flüssigkeitschromatographie der Trennung von Stoffgemischen 118; siehe auch Chromatographie
Säure-Base-Titrationen, in Essig-Ameisensäure-Gemischen 222
Säuren, verteilungschromatographische Trennung in technischen Produkten 73; Bestimmung kleiner Mengen Fett 371; Nachweis von Eisen in konz. Mineralsäuren 305
Säurezahl, Bestimmung in Rohmontanwachs 64; in Wachsen 65
Salben, siehe Schwefelsalben
Salbenzubereitungen, Trennung der Bestandteile 373
Salicylamidoxim zur spektrophotometrischen Bestimmung von Titan 123
Salicylsäure, Reaktion mit Berylliumsalzen 297; potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130
Salpetersäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130; Bestimmung von Wasser in rauchender Salpetersäure 445
Salzsäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; an polarisierten Platinelektroden 56; potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130

Samarium, spektrophotometrische Bestimmung 299
Sauerstoff, polarographische Untersuchung 54; Bestimmung von gelöstem Sauerstoff mit Chrom(II)-salzen in Wasser 422; Bestimmung in Kesselspeisewasser 361; in fließendem Abwasser 362; Probenahme von beruhigtem und unberuhigtem flüssigem Stahl zur Sauerstoffbestimmung 439; Einfluß auf die Beständigkeit von Dithiollösungen 193
Schädlingsbekämpfungsmittel, Bestimmung aktiver Insecticidgehalte 75; Bestimmung kleiner Mengen Phosphorverbindungen 75
Schlacken, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium 441; Bestimmung von Mikrogrammmengen Fluor 443
Schlitztrog in der Papierchromatographie 51
Schmalz, Nachweis von raffiniertem Schmalz und raffiniertem „white grease" 313; siehe auch Schweineschmalz
Schokoladeerzeugnisse, Analyse der Fette 316
Schwarzlaugen, Bestimmung von Sulfid 73
Schwefel, photometrische Halbmikrobestimmung in Stahl, Eisen und Isolierungsrückständen 102; Bestimmung des Gesamtschwefels in Petroleumprodukten 66; Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366; Bestimmung von Kohlenstoff 443; von Kohlenstoff in gereinigtem Schwefel (Druckfehlerberichtigung) 80
^{35}Schwefel, Bestimmung im Blut 454
Schwefeldioxyd, Apparat zur Registrierung in der Luft 359
Schwefelerze, Bestimmung von Kohlenstoff 443
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung in Getreideprodukten 68; Abänderung der Dithiocarbaminatmethode zur Bestimmung in Getreideerzeugnissen 69
Schwefelsäure, potentiometrische Neutralisationstitration in Methylisobutylketon 130; elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Störung beim Nachweis von Zinn 62
Schwefelsalben, Bestimmung von Calcium carbonicum 79
Schwefelverbindungen, Trennung und Identifizierung in Petroleumfraktionen 67
Schweineschmalz, Nachweis der Raffination 312
Schwermetalle, röntgenspektrometrische Bestimmung in Flugstaub 435; Einfluß auf die Härtebestimmung im Wasser 149; auf die Beständigkeit von Dithiollösungen 194
Scopolamin, Reinheitsprüfung 378; Nachweis und halbquantitative Bestimmung in verschiedenen Präparaten 380
Scopolaminderivate, Bestimmung von Scopolamin 380
Sebacinsäure, Hochfrequenztitration 56
Sedimente, Bestimmung verschiedener Metalle durch Aktivierungsanalyse 444
Seewasser, siehe Wasser
Selenige Säure zur Bestimmung von Wismut 427
Seltene Erden, Trennung mit Hilfe von Ionenaustauschern und Äthylendiamintetraessigsäure 62; spektrometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 151; spektrographische Bestimmung von Yttrium und Ytterbium neben den Seltenen Erden 298; Bestimmung von Praseodym, Neodym, Samarium und Erbium in Gemischen 299
Serin, chromatographischer Nachweis 217; Bestimmung 388; in Kartoffelsaft 387
Serum, elektrophoretische Trennung der Serumproteine 456; Bestimmung von despezifiziertem Rinderserum in biologischem Material 383; Bestimmung von Kalium in Serum 159; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 452; komplexometrische Bestimmung von Calcium 159; Bestimmung von Calcium mit Natriumnaphthalhydroxamat 453; von Fettsäuren in menschlichem und tierischem Serum 48; Ultramikrobestimmung von Harnstoff 386; siehe auch Butterserum
Serum-Ac-globuline, Bestimmung 456
Serumproteine, elektrophoretische Trennung im Serum 456
Silber, Fällung mit Arsinsäuren 130; mit Phenylglycincarbonsäuren 242; Nachweis mit Sprühreagens 217; mit Natriumrhodizonat 296; mittels gekoppelter Katalyse 135; indirekte photometrische Bestimmung mit Äthylendiamintetraacetat 58; polarographische Untersuchung 54; Titration mit Kaliumcyanidlösung 223;

Bestimmung neben Kupfer 223, 250; Einfluß auf den Nachweis von Eisen in Legierungen 305; heterometrische Bestimmung von Blei neben Silber 63
Silber(I), chronopotentiometrische Bestimmung 132
Silberamminkomplex, chromatographisches Verhalten 291
Silbernitrat, zur Bestimmung von Halogenid an polarisierten Platinelektroden 56
Silber-Porter-Verfahren zur Bestimmung von Plasma-Hydrocortison 397
Silicat, Bestimmung von Arsenat neben Silicat 142
Silicate, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium 441; Nachweis von Aluminium 61; spektralanalytische Bestimmung von Vanadium in zusammengesetzten Silicaten 154; Bestimmung von Fluor 154
Silicathaltiges Material, Bestimmung von Bariumsulfat 153
Silicium, Bestimmung in pflanzlichem Gewebe 366; Entfernung der Störung bei der Phosphorbestimmung im Stahl 15
Silicon 702, Berechnung der Lösungswärmen von Gasen in Silicon 702 47
Silicone, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Siloxenindicator, Herstellung und Verwendung zur Sulfatbestimmung 304
Solanaceen-Alkaloide, papierchromatographische Reinheitsprüfung 378
Sorbose, Bestimmung in biologischem Material 459
Spaltprodukte, Abtrennung von Cer 62
Spartein, Farbreaktion 375
Spektralanalyse, Vorbereitung zur spektrochemischen Spurenanalyse 215; Eindringen von Probelösungen in Kohleelektroden 215
Spektralphotometrische Anordnung 42
Spezialtitrationen, Büretteneinrichtung 138
Sphingomyelin, R_f-Wert 367; Bestimmung 460; in menschlichen Erythrocyten 461
Spritzkabine in der Papierchromatographie 52
Sprühreagentien, Empfindlichkeit 217
Spurenanalyse, Vorbereitung zur spektrochemischen Spurenanalyse 215
Spurenelemente, papierchromatographischer Nachweis 49; Bestimmung in Pflanzenasche 366
Stärke, amperometrische Bestimmung 447; Bestimmung in Margarine 314
Stahl, Probenahme von beruhigtem und unberuhigtem flüssigem Stahl zur Sauerstoff- und Wasserstoffbestimmung 439; fraktionierte Bestimmung von Wasserstoff 438; Bestimmung von Aluminium mit Stilbazo 152; von Titan in legierten Stählen 439; von Phosphor 12; von Arsen 95; von Schwefel 102; von Molybdän 225; der Carbide von Vanadium, Molybdän und Titan 153
Stannat, Bestimmung in Wasserstoffperoyd 372
Statistik in der chemischen Analyse 81
Staub, Bestimmung von Mikrogrammmengen Fluor 443; siehe auch Flugstaub
Stearinsäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302; Bestimmung 460; gaschromatographische Abtrennung 48
Sterine, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Steroide, Trennung an Cellulosesäulen 395; Auswertung von Chromatogrammen der Nebennierensteroide 52; chromatographische Analyse der Nebennierensteroide 394
Stickstoff, Fehlerquellen bei der Mikrobestimmung nach Kjeldahl 227; Hilfseinrichtung zur Bestimmung nach Kjeldahl 228; Bestimmung in Dinitrophenylderivaten von Aminoverbindungen und Phenolen 455; Einfluß auf die Retentionszeit von Methan und anderen Gasen in der Gaschromatographie 45
Stickstoff-Wasserstoff-Coulometer, Anwendungen 137
Stilbazo, zur Bestimmung von Aluminium in Stahl und Gußeisen 152
Stoffgemische, chromatographische Trennung an Säulen 118
Strontium, Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Nachweis mit Sprühreagens 217; Bestimmung durch Rücktitration mit Quecksilber(II)-nitrat 410; Abtrennung von Spuren 216; schnelle und zuverlässige Bestimmung in Calciummineralien 155; Bestimmung von Zirkonium neben Strontium 247; von Thorium neben Strontium 245
Strychnin, Farbreaktion 375
Sulfaguanidin, Charakterisierung 116
Sulfanilamid, Charakterisierung 116
Sulfanilsäure, Charakterisierung 116
Sulfat, Nachweis 143; mikrocolorimetrische Bestimmung 142; volumetrische Bestimmung 304; Bestim-

mung durch Reduktion zu Schwefelwasserstoff in Phosphorsäure 142; Bestimmung in Böden und Wässern 365; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 40
Sulfathiazol, Charakterisierung 116
Sulfationen, Einfluß auf die flammenphotometrische Calciumbestimmung 297
Sulfid, Bestimmung in Schwarzlaugen 73
Sulfide, Bestimmung cyclischer Sulfide in Petroleumfraktionen 67
Sulfonamide, Bestimmung 78; Trennung von E 605 77; Störungen durch Magnesiumstearat bei der Titration in Tabletten 448
Sulfosalicylsäure als Maskierungsmittel 223; zur Maskierung von Cd, Zn, Ni, Co, Cr und In 224; von Mangan, Magnesium und Kupfer 224
Sulfosalicylsäuremethode bei der Untersuchung des Urins auf Eiweiß 393

Tabak, Bestimmung von Methylbromid in begastem Tabak 307
Tabakalkaloide, Verhalten bei der Papierelektrophorese 377
Tabakrauch, Bestimmung cancerogener Stoffe 464
Tabletten, Bestimmung von Benactyzin 451; von Methionin und Cystin 448; von Sulfonamiden 448; von Thiamin 318
Tagatose, Bestimmung in biologischem Material 459
Tantal, Nachweis mit Brenzcatechinviolett 60; Bestimmung in Titanlegierungen 438; Bestimmung von Zinn, Blei, Antimon, Wismut und Cadmium in Tantal 300
Tartrat, Einfluß auf die Titanbestimmung 126; auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 40
Technische Produkte, Trennung und Bestimmung von Arsen und Phosphor 97
Tellur, spektralphotometrische Bestimmung kleiner Gehalte in metallischen und oxydischen Proben 152
Temperatur, Einfluß auf die Beständigkeit von Dithiollösungen 194
Testosteron, chromatographische Abtrennung 395
Tetraäthyl-pyrophosphorsäureester, papierchromatographische Isolierung 48
Tetraäthyl-thiopyrophosphorsäureester, chromatographische Isolierung 48
Tetrachloräthylen, gaschromatographische Bestimmung 47
Tetrachlordifluoräthan, gaschromatographische Bestimmung 47
Tetrachlorkohlenstoff, Berechnung der physikalischen Konstanten 47; gaschromatographische Bestimmung 47; Bestimmung in Getreideprodukten 69, 70
Tetrafluordichloräthan, gaschromatographische Bestimmung 47
Tetrahydrocortison, Bestimmung 397
Tetrahydrohydrocortison, Bestimmung 397
Tetrakis-(äthylenthioharnstoff)-kupfer(I)-nitrat, polarographische Untersuchung 296
Tetranitropentaerythrit, maßanalytische Bestimmung 140
Tetrazoliumblau-Reaktion zur Bestimmung von α-Ketosteroiden 396
Thallium, qualitativer Nachweis 299; papierchromatographische Bestimmung 49; polarographische Bestimmung 221; mit dem Tinsley-Registrierpolarographen 56; Bestimmung kleiner Mengen in Erzen 157
Thallium(I), elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 276; gravimetrische Bestimmung als Thallium(I)-tetraphenyloborat 299
Thallium(III), R_f-Wert 50
Thallium(I)-tetraphenyloborat zur Bestimmung von Thallium(I) 299
Thapsinsäure, Hochfrequenztitration 56
Theophyllin, Analytik 375
Theophyllinderivate, Analytik 375
Theophyllin-7-essigsäure, Bestimmung 376
Thermoanalyse, Gerät zur Differential-Thermoanalyse 136
Thermochemische Titrationen, Anwendungen 129
Thermowaage mit automatischer Anzeige 225, 226
2-Thiabutan, Bestimmung 68
Thiamin, Bestimmung in Pharmaceuticis oder Lebensmitteln 318
Thiaminphosphate, papierchromatographische Trennung 319
Thiantan, Bestimmung 78
Thiapentane, Bestimmung 68
2-Thiapropan, Bestimmung 68
Thioacetamid, zum Nachweis von Arsen 141
Thiocyanat, Bestimmung von Quecksilber neben Thiocyanat 297
Thioglykolsäure, Lösungsmittel für die Indicatoren zum Nachweis von Eisen-

spuren 305; Einfluß auf die Beständigkeit von Dithiollösungen 193
Thiole, papierchromatographische Trennung 230
Thionalid zur mikrovolumetrischen Bestimmung von Quecksilber 298; zur Bestimmung von Wismut in Blei und Zinn 196
Thiophene, gaschromatographische Bestimmung in Petroleumfraktionen 67
Thiosulfat, colorimetrische Bestimmung kleiner Mengen 142; polarographische Bestimmung 221; Bestimmung an polarisierten Platinelektroden 56
Thorium, Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; thermogravimetrische Untersuchung einiger Niederschläge 302; Fällung mit Arsinsäuren 130; Extraktion aus Monazitsanden 244; Bestimmung mit Phenylglycin-o und-p-carbonsäure 241; mit Phenylglycin-p-carbonsäure 243; mit Haematein 406; Bestimmung in Gegenwart von Fremdionen 245; in Gegenwart von Eisen(III) 248; Abtrennung von Spuren 216; Trennung von den Ceriterden 244; spektrometrische Bestimmung in Magnesiumlegierungen 151; Submikrobestimmung im Harn 160; Einfluß auf die Titanbestimmung 127; auf die Uranbestimmung 357
Thorium(IV), chelatometrische Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 222
Thorium-Mercaptobenzthiazol, Thermolyse 302
Thoronol-Uran(IV)-Komplex bei der Bestimmung von Uran 144
Threonin, Bestimmung 388; in Kartoffelsaft 387
Thymol, Reaktion mit Kohlenhydraten zur Zuckerbestimmung 457
Tierisches Gewebe, Bestimmung von Anserin und Carnosin sowie deren Vorstufen in tierischem Gewebe 455
Tinten, elektrochromatophoretische Differenzierung 373
Titan, Fällung mit Arsinsäuren 130; Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 223; spektrophotometrische Bestimmung mit Salicylamidoxim 123; papierchromatographische Bestimmung 50; R_f-Wert 50; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in legierten Stählen 439; Bestimmung hochdisperser Carbide im Stahl 153; Bestimmung in Plutonium-Titanlegierungen 440; des aktiven Titans in Titanpulvern, die in der Pyrotechnik verwendet werden 437; Bestimmung in Polyäthylen 74; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Molybdänbestimmung 211; Bestimmung von Zinn, Blei, Antimon, Wismut und Cadmium 300
Titanlegierungen, Bestimmung von Tantal 438
Titan-Plutoniumlegierungen, Bestimmung von Titan 440
Titanpulver, Bestimmung des aktiven Titans in Pulvern, die in der Pyrotechnik verwendet werden 437
Titrationen, photometrische Titrationen schwacher Basen in wäßriger und nichtwäßriger Lösung 132; Anwendung thermochemischer Titrationen 129; Büretten für Spezialtitrationen 138; Titrationen mit polarisierten Platinelektroden 56
o-Tolidin, Charakterisierung 116
Toluidine, Charakterisierung 116
Toluol-2,4-diisocyanat, Bestimmung in der Atmosphäre 359
Toluoldiisocyanate, Trennung 237
p-Toluol-sulfonyl-n-butylharnstoff, analytisches Verhalten 381
Triäthylentetramin als analytisches Reagens 30
Tribrommethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Tributylammoniumhexarhodanoferrat(III) bei der Bestimmung von Eisen 145
Tributylphosphat, Bestimmung 75
Tricarballylsäure, Abtrennung und Bestimmung 232
Trichloräthylen, gaschromatographische Bestimmung 47
Trichlorfluormethan, gaschromatographische Bestimmung 45
Trichlormethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Trien als analytisches Reagens 30
Trifluorchlormethan, gaschromatographische Bestimmung 47
Trifluortrichloräthan, gaschromatographische Bestimmung 47
Trimetaphosphat, Bestimmung 370
2,4,6-Trinitrobenzoesäure zur Isolierung von Prolin aus Eiweißhydrolysaten 390
Trinitroglycerin, maßanalytische Bestimmung 140
Triphenylcarbinol, Bestimmung 228
Triphenylen, Abtrennung 237

Triphenylmethanfarbstoffe, Indicatoren in der Chelatometrie 222
Triphosphat, Bestimmung 370
Trisaccharide, Bestimmung in biologischem Material 459
Tropasäure, papierchromatographische Bestimmung 379
Tropin, papierchromatographische Bestimmung 379
Trypsin, spektrophotometrische Bestimmung 391
Trypsininhibitoren, photometrische Bestimmung 391
Tryptophan, Fluorescenzfarben 240; Bestimmung 389
Tumor, Nachweis von androgenen Hormonen in einem Ovarialtumor 396
Turanose, Bestimmung in biologischem Material 459
Tuschefüllhalter in der Papierchromatographie 52
Tyrosin, Bestimmung 388; Bestimmung in Proteinhydrolysaten 389

Ungesättigte Fettsäuren, siehe Fettsäuren
Uran, Fällung mit Kakodylsäure 37; Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; spektrophotometrische Bestimmung 356; Bestimmung mit Haematein 406; von Mikrogrammmengen mittels des Uran(IV)-Thoronol-Komplexes 144; polarographische Bestimmung 221; Abtrennung von Spuren 216; Trennung mit Kakodylsäure 343; Bestimmung von kleinen Mengen neben viel Wismut 304; Bestimmung in Erzen oder Lösungen 158; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Molybdänbestimmung 211; Bestimmung von Kupfer neben Uran 31; von Thorium neben Uran 245
Uran(VI), Fällung mit Arsinsäuren 130; Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Maskierung bei komplexometrischen Titrationen 212; papierelektrophoretische Abtrennung 289; Bestimmung von Zirkonium neben Uran(VI) 247
Uransalzlösungen, Bestimmung von Korrosionsprodukten und Zusätzen in Uransalzlösungen homogener Reaktoren 135
Uran(IV)-Thoronol-Komplex bei der Bestimmung von Uran 144
Uranylnitrat, Farbreaktion mit 2,4-Hydroxy-5-chloroacetophenon 294
Uridin, Abtrennung des Di- und Triphosphats 319
Urin, Bestimmung von Quecksilber 453; des Gesamtoxalatgehaltes 385; der Gesamtascorbinsäure 463; Untersuchung auf Eiweiß 393; Bestimmung der 17-Hydroxycorticosteroide 397; siehe auch Harn

Valin, papierchromatographische Isolierung 48; Bestimmung 388; in Kartoffelsaft 387
Vanadat, Bestimmung von Kupfer neben Vanadat 31
Vanadium, Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Reinaluminium 429; hochdisperser Carbide in Stahl 153; spektralanalytische Bestimmung in kompliziert zusammengesetzten Silicaten 154; Bestimmung in Flugstaub 435; Einfluß auf die Uranbestimmung 357; Bestimmung von Zirkonium neben Vanadium 247; von Thorium neben Vanadium 245
Vanadium(IV), elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 276; oxydimetrische Bestimmung 304; chelatometrische Bestimmung mit verschiedenen Indicatoren 222
Vanadium(V), Fällung mit Arsinsäuren 130; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Einfluß auf die Titanbestimmung 127
Vanadium(II)-salzlösungen für Titrationen 133; Titerstellung 134
Venenplasma, Bestimmung von Adrenalin 461
Verseifungszahl, Bestimmung in Rohmontanwachs 64; in Wachsen 65
Vitamin A, colorimetrische Bestimmung mit verschiedenen Chlorhydrinen 327
Vitamin A_1, Trennung von Neovitamin A_1 318
Vitamin B_1, Bestimmung in der Milch 317
Vitamin C, Bestimmung in der Milch 317
Vitamin D, Bestimmungsmethoden in der Milch 317
Vitamin E, papierchromatographische Bestimmung in Faeces 464
Vitamine, Bestimmung zur Betriebskontrolle in der Molkerei 317

Wachsalkohole, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Walfischpankreas, siehe Pankreas
Waschmittel, Bestimmung von Phosphaten 370
Wasser, Isotopenanalyse 360; Infra-

rotspektrometer zur Analyse von leichtem und schwerem Wasser 43; Bestimmung in rauchender Salpetersäure 445; in verschiedenen Hydrazinen 372; in Margarine 314; in Aldrin und Dieldrin 77; Bestimmung des Permanganatverbrauchs 148; komplexometrische Bestimmung der Härte 149; Bestimmung von Calcium, Magnesium und der Gesamthärte 362; von Aluminium in eisenhaltigen Industriewässern 150; von gelöstem Sauerstoff mit Chrom(II)-salzen 422; von Sauerstoff in Kesselspeisewasser 361; von Sulfat 365; von Fluorid 150; Nachweis von Eisen im Seewasser 305; Bestimmung von Substanzen, die mit Leichtöl extrahiert werden können 363; siehe auch Abwasser, sowie Feuchtigkeit und Oberflächenwasser
Wasserdampfdestillation von Ammoniak aus Bodenextrakten 339
Wasserstoff, gaschromatographische Bestimmung 45; in Grubenluft 216; in Zersetzungsprodukten von n-Pentan 216; Probenahme von beruhigtem und unberuhigtem Stahl zur Wasserstoffbestimmung 439; fraktionierte Bestimmung in Stählen 438; Druckregler zur Bestimmung 227
Wasserstoffionenkonzentration, Einfluß auf die Thoriumbestimmung mit Phenylglycin-p-carbonsäure 244
Wasserstoffperoxyd, jodometrische Bestimmung 57; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 422; Bestimmung des als Stannat zugesetzten Zinns 372
Wasserstoff-Stickstoff-Coulometer, Anwendung 137
Weichblei, polarographische Vollanalyse 220
Weichmacher, Bestimmung in Salbenzubereitungen 373
Wein, Bestimmung von Blei 307; von Glycerin und Butylenglykol 308
Weindestillate, Trennung und Identifizierung höherer Alkohole 309
Weinsäure, elektrometrische Bestimmung an Goldelektroden 275; Abtrennung und Bestimmung 232
Whisky, spektrophotometrische Bestimmung von Harnstoff 309
„white grease", Nachweis von raffiniertem Schmalz und raffiniertem „white grease" 313
Wirkstoffe, Bestimmung basischer organischer Wirkstoffe 78
Wismut, Fällung mit Arsinsäuren 130; Nachweis von Spuren 63; Nachweis mit Sprühreagens 217; polarographische Bestimmung 221; Bestimmung mit seleniger Säure 427; Bestimmung als Wismutdichromat 425; Abtrennung von Spuren 216; elektrophoretische Abtrennung 289; Bestimmung in Blei und Zinn durch extraktive Abtrennung mit Thionalid 196; in Titan, Zirkonium, Tantal und Niob 300; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; bei der Molybdänbestimmung 211; Einfluß auf den Nachweis von Eisen in Legierungen 305; Bestimmung von Kupfer neben Wismut 31; von wenig Uran neben viel Wismut 304
Wismut(III), chronopotentiometrische Bestimmung 132
Wismutdichromat, bei der Bestimmung von Wismut 425
Wolfram(VI), Fällung mit Arsinsäuren 130; Einfluß auf die Titanbestimmung 127
Wolframkonzentrate, Bestimmung kleiner Mengen Zinn 445
Wolframsäure, Bestimmung kleiner Mengen Zinn 445

Xylenole, chromatographische Abtrennung 121
Xylose, Trennung von Galaktose an verschiedenen Papieren 48

Ytterbium, Bestimmung neben den Seltenen Erden 298
Yttrium, Fällung mit Arsinsäuren 130; Bestimmung neben Dysprosium 62; neben den Seltenen Erden 298

Zement, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium und Natrium 441
Zentralnervensystem, Untersuchung der löslichen Proteine in Geweben 393
Zentrifugieraggregat zur Herstellung radioaktiver Präparate 137
Zimtsäure, Thermolyse des Thoriumsalzes 302
Zink, Fällung mit Arsinsäuren 130; Maskierung mit Sulfosalicylsäure 224; Farbreaktion mit Natriumrhodizonat 297; Nachweis mit Sprühreagens 217; Bestimmung durch thermochemische Titration 129; papierchromatographische Bestimmung 49; R_f-Wert 50; amperometrische Titration kleiner Mengen 59; komplexometrische Be-

stimmung neben anderen Metallen 133; Abtrennung von Spuren 216; Bestimmung in Erzen und Metallen mit hohem Eisengehalt 156; in Calaminerzen 443; im Flugstaub 435; in cyanidhaltigen Elektrolytlösungen 368; in Mineralöl 42; in Holzimprägnierungslösungen 372; in pflanzlichem Gewebe 366; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Einfluß auf die Bestimmung von Uran mit Kakodylsäure 346; Bestimmung von Blei neben Zink 63; von Zirkonium neben Zink 247; von Thorium neben Zink 245; Fällung von Phosphor neben Zink 267

Zinkdibenzyldithiocarbaminat bei der Bestimmung von Kupferspuren 446

Zinksulfat, Bestimmung von Molybdän neben Zinksulfat 210

Zinn, Fällung mit Arsinsäuren 130; Leuchtreaktion 62; Nachweis mit Sprühreagens 217; Abtrennung von Spuren 216; papierchromatographische Abtrennung 51; Bestimmung in Titan, Zirkonium, Tantal und Niob 300; kleiner Mengen in Wolframsäure und Wolframkonzentraten 445; des Stannats in Wasserstoffperoxyd 372; Störung bei der Molybdänbestimmung 211; Bestimmung von Wismut durch extraktive Abtrennung mit Thionalid 196; Nachweis von Eisenspuren in metallischem Zinn 305

Zinn(II) bei der Bestimmung von Sulfat als Schwefelwasserstoff in Phosphorsäure 142; polarographische Bestimmung 221; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150

Zirkonium, Fällung mit Arsinsäuren 130; Reaktion mit Phenylglycincarbonsäuren 242; fluorimetrische Bestimmung mit Morin 301; colorimetrische Mikrobestimmung 63; papierchromatographische Bestimmung 50; R_f-Wert 50; Bestimmung mit Haematein 406; mit Phenylglycin-o- und -p-carbonsäure 241, 246; Bestimmung in Gegenwart von Eisen(III) 249; Abtrennung von Spuren 216; Trennung von verschiedenen Metallen 246; Bestimmung von Mikrogrammmengen in Plutonium 440; Störung der Aluminiumbestimmung in Wasser 150; Einfluß auf die Titanbestimmung 127; Bestimmung von Zinn, Blei, Antimon, Wismut und Cadmium 300

Zirkonium-Alizarinlack zur Bestimmung von Fluor in Silicaten 154

Zirkoniumsalz des p-Arsanilsäurediazoniumions zur Bestimmung von Aminen und Phenolen 238

Zirkonmineralien, Bestimmung von Blei 157

Zucker, Mikrobestimmung mittels der Phloroglucinreaktion 236; Bestimmung neben Protein und anderem biologischem Material 457; Bestimmung im Blut mit Anthron 458

Zuckeralkohole, Bestimmung in Pflanzenpreßsäften und -auszügen 366

Zusätze, Bestimmung in Uransalzlösungen homogener Reaktoren 135